



João Paulo Sartori Robarts

Licenciado em Ciências de Engenharia Mecânica

**Conceção de um Novo Padrão para a
Medição de Caudal de Fluidos inferior a
 $1 \mu\text{L/h}$**

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia
Mecânica

Orientador: Doutor Rui Fernando dos Santos Pereira
Martins, Professor Auxiliar, FCT/UNL - DEMI
Coorientadora: Mestre Elsa Maria Isqueiro Batista,
Responsável pelo Laboratório de Volume e Caudal, IPQ



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Setembro 2016

Conceção de um Novo Padrão para a Medição de Caudal de Fluidos inferior a 1 $\mu\text{L/h}$

Copyright © João Paulo Sartori Robarts, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa.

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objectivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

Agradecimentos

A contribuição do Professor Rui Martins foi imprescindível para a realização deste trabalho. Sem o seu entusiasmo, motivação e sabedoria esta experiência não teria sido tão satisfatória. Obrigado pelo conhecimento transmitido por toda a sua disponibilidade e pela oportunidade de realizar esta Dissertação sob sua tutela.

Agradeço a todo o corpo docente da Faculdade de Ciências e Tecnologia e em especial ao corpo docente do Departamento Engenharia Mecânica e Industrial pelos ensinamentos transmitidos ao longo dos 5 anos de curso.

À mestre Elsa Batista, responsável pelo Laboratório de Volumes e Caudal do Instituto Português da Qualidade, exprimo o meu sincero agradecimento para toda a sua disponibilidade, auxílio, orientação científica e por ter possibilitado a realização deste trabalho através de um estágio curricular.

Aos restantes membros do Instituto Português da Qualidade em particular à Dra. Fernanda Saraiva pela disponibilidade.

Um agradecimento especial aos meus pais, os quais agradeço por todo o apoio ao longo de todo o meu percurso escolar, pelo suporte incondicional, confiança e compreensão, Obrigado Pai, Obrigado Mãe.

Por fim agradeço a todos os meus amigos que me acompanharam neste percurso académico e fizeram parte do meu crescimento pessoal.

- Obrigado a Todos!

Resumo

Esta dissertação teve como objetivo investigar a possibilidade de desenvolvimento de um novo padrão de medição de caudal de fluidos para valores abaixo do 1 $\mu\text{L/h}$. O projeto foi desenvolvido numa parceria entre o Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial (DEMI) da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa (FCT-UNL) e o Instituto Português da Qualidade (IPQ).

Numa primeira fase procedeu-se à revisão bibliográfica, de forma a se identificar as diferentes técnicas e as mais recentes tecnologias usadas para medir volumes e caudal na ordem do microlitro e microlitro por hora, respectivamente, e a possibilidade de estender a gama de medição ao nanolitro, tendo sido considerados, na fase de conceção do projeto, os métodos óptico, gravimétrico e interferométrico. Na presente dissertação sugere-se agregar um sistema interferométrico a um gerador de caudal para realizar o cálculo teórico do caudal debitado pelo instrumento. Desta forma, a montagem experimental realizada utiliza um interferómetro laser, constituído pela unidade laser, dois cubos retrorrefletores e um divisor de feixes; a montagem conta ainda com um gerador de caudal, um cronómetro e um computador para aquisição e tratamento de dados.

Com o interferómetro foi possível monitorizar a distância percorrida pelo elemento móvel do gerador de caudal, que se encontra solidário com o êmbolo da seringa de vidro, durante um intervalo de tempo. Com estes valores de medição foi determinada a velocidade de deslocação do êmbolo da seringa e juntamente com o diâmetro interno desta, foi possível calcular o caudal teórico debitado, utilizando o modelo teórico apresentado no capítulo 6.

Os ensaios decorridos encontram-se divididos em quatro fases diferentes, com introdução de diferentes melhoramentos visando a diminuição de erros e incertezas experimentais. As fontes de incerteza associadas às medições foram caracterizadas e é apresentado o modelo matemático considerado no sistema experimental implementado, com o qual foi estimado o respetivo balanço de incerteza global de medição.

Os resultados obtidos foram satisfatórios, tendo sido possível calcular um caudal de 0,009 $\mu\text{L/h}$ com um erro de medição de 0,0001 $\mu\text{L/h}$ (aproximadamente 1,1 %) e uma incerteza expandida de 0,002 $\mu\text{L/h}$ (cerca de 20,5 %).

Palavras-chave: Microcaudal, interferometria, calibração, incerteza de medição, medição de caudal.

Abstract

The dissertation herein presented, developed in a partnership between the Department of Mechanical and Industrial Engineering (DEMI) of FCT-UNL and the Portuguese Institute of Quality (IPQ) had the objective of investigating the possibility of developing a novel standard for measuring liquid flow-rates under 1 $\mu\text{L/h}$.

As a first approach a literary review was made in order to identify the different techniques and latest technology used to measure volume and flow in the microliter and microliter per hour, respectively, range and the possibility of further extending its measurement range to the nanoliter, having been considered, in the conception phase of this project, the optic, gravimetric and interferometric methods. It is suggested combining an interferometric laser system to a flow generator in order to calculate the flow-rate of the instrument. In this fashion, the experimental setup relies on a laser interferometer, made up of a laser unit, two retroreflector cubes and a beam splitter; in addition, a flow generator, a chronometer and a computer for data acquisition and treatment.

The interferometer monitored the distance travelled by the moving block of the flow generator, which in turn drove the syringe piston. These parameters were used to calculate the piston's velocity, and by multiplying it by the cross sectional area of the syringe the theoretical flow was obtained, using the model presented in chapter 6.

The tests find themselves split into four different phases, introducing upgrades aiming to diminishing the experimental error and uncertainty.

In this work the associated uncertainty sources are also characterized and it is presented the mathematical model considered in the implemented experimental system with which was estimated the global measurement uncertainty.

The obtained results where satisfactory, having been possible to measure a flow-rate of 0,009 $\mu\text{L/h}$ with an error of 0,0001 $\mu\text{L/h}$ (aproximately 1,1 %) and an expanded uncertainty of 0,002 $\mu\text{L/h}$ (about 20,5 %).

Key-words: Microflow, interferometry, calibration, measurement uncertainty, flow measurement.

Índice de Matérias

Índice de figuras	xiii
Índice de tabelas	xv
1 Introdução.....	1
1.1 Motivação e Objetivos	1
1.2 Estrutura da Dissertação	2
1.3 Enquadramento	2
1.3.1 Estrutura da Qualidade em Portugal.....	3
1.3.2 Instituto Português da Qualidade.....	3
1.3.3 Laboratório de Volume e Caudal	5
1.3.4 Laboratório de Comprimento e Ângulo	5
2 Estado da arte (<i>Background</i>)	7
2.1 Trabalhos realizados internacionalmente	8
2.2 Geração de ideias.....	13
2.2.1 Medição de caudal numa bolha de plástico.....	13
2.2.2 Fotografia de gotas em queda livre	14
2.2.3 Variação do campo magnético e cálculo do caudal	14
2.2.4 Interferometria.....	14
3 Introdução ao Cálculo de Incertezas.....	17
3.1 Terminologia	18
3.2 Avaliação das incertezas padrão.....	18
3.2.1 Modelar a medição.....	18
3.2.2 Avaliação Tipo A da incerteza-padrão	19
3.2.3 Avaliação Tipo B da incerteza padrão	19
3.2.4 Distribuição de Probabilidades	20
3.2.5 Distribuição Normal.....	20
3.2.6 Distribuição Retangular.....	21
3.2.7 Distribuição Triangular	22
3.3 Determinação da incerteza-padrão combinada.....	23
3.3.1 Variáveis de entrada não correlacionadas.....	23
3.3.2 Variáveis de entrada correlacionadas.....	23
3.4 Incerteza de medição Expandida	24
4 Método experimental exploratório	27
4.1 <i>Front Tracking Principle (FTP)</i>	27
4.1.1 Objetivo	27
5 Método Gravimétrico	33
5.1 Definições de carácter geral.....	34
5.2 Medição do Caudal	34
5.3 Montagem experimental	34
5.4 Procedimento experimental	35

5.5 Parâmetros que afetam a incerteza na determinação gravimétrica do volume	36
5.6 Resultados experimentais	36
6 Método geométrico	39
6.1 Interferometria	39
6.1.1 Evolução da definição do metro	39
6.1.2 Rastreabilidade	41
6.1.3 Conceitos necessários	41
6.1.4 Interferómetro de Michelson	43
6.1.5 Parâmetros que afetam a exatidão do Sistema Laser	45
6.1.6 Cálculo da incerteza do interferómetro	46
6.2 Medição de microcaudal por Interferometria	49
6.3 Objetivo	50
6.4 Modelo Teórico	50
6.5 Descrição da Experiência	51
6.5.1 Equipamento utilizado	52
6.5.2 Procedimento para ajuste do laser	54
6.5.3 Procedimento experimental (Montagem 1)	56
6.5.4 Procedimento experimental (Montagem 2)	59
6.6 Incerteza de medição	62
6.6.1 Parâmetros que afetam a incerteza na determinação Interferométrica do caudal	62
6.6.2 Cálculo das incertezas	63
6.7 Prototipagem <i>Nexus Adjuster</i>	65
6.7.1 Impressão 3D	66
6.7.2 Especificações de projeto	66
7 Análise e discussão de resultados	71
7.1 Resultados da Montagem 1	71
7.2 Resultados da Montagem 2 com adição de massa	76
7.3 Resultados da Montagem 2 com adição de massa e tempo de estabilização	80
7.4 Resultados Montagem 3 (<i>Nexus adjuster</i>)	83
8 Conclusão	85
8.1 Trabalhos Futuros	86
8.1.1 Inclusão de MEMS e outros sensores	87
Referências Bibliográficas	88
Apêndice A	90
Apêndice B	92

Índice de figuras

Figura 1.1 – Subsistemas do SPQ	3
Figura 1.2 – Estrutura organizacional do IPQ	4
Figura 1.3 – Estrutura orgânica do DMET	5
Figura 2.1 – Diagrama do princípio de medição capacitivo. Gota de água passa pelo campo elétrico do condensador de placas abertas. Imagem retirada de [9].	8
Figura 2.2 – Protótipo do sensor <i>PCB V2.1</i> , adaptado ao <i>PipeJet Dispenser (PipeJet™ dispenser P18)</i> . Imagem retirada de [9].	8
Figura 2.3 – Representação da montagem experimental. (a) capilaridade de vidro, (b) câmara CCD, (c) objetiva 200x, (d) estrutura de guiamento linear, (e) PC, (f) tubo fluorescente, (g) tubo PEEKsil, (h) sensor de humidade, (i) câmara com temperatura regulada, (j) Sistema fluido a ser verificado, (t1 a t4) termopares, (k1 a k3) encaixes para PEEK, (v) válvula. Imagem retirada de [3].	9
Figura 2.4 – Imagem do menisco a 0,6 $\mu\text{L/h}$ (esquerda) e 3 $\mu\text{L/h}$ (direita). Intervalo de tempo entre cada <i>frame</i> é 10 s. Imagem retirada de [3].	9
Figura 2.5 – Montagem experimental. (a) PipeJet P9; (b) câmara estroboscópica; (c) sensor QCM; (d) suporte para QCM; (e) cobertura PMMA com furo de 2 mm no topo; (f) iluminação LED. Imagem retirada de [10].	10
Figura 2.6 – Avaliação de resultados de “Liquid volume measurement method for the picoliter to nanoliter volume range based on quartz crystal microbalance technology”. Imagem retirada de [10].	11
Figura 2.7 – Layout da montagem experimental. Imagem retirada de [11].	11
Figura 2.8 – Erro e coeficiente de variação do método de medição gravimétrico apresentado com $\text{D}_2\text{H}_2\text{O}$ e a solução da Artel. Imagem retirada de [12].	12
Figura 2.9 – Modelação 3D em SolidWorks® do gerador de caudal (bomba doseadora de líquido – Nexus 3000 – equipada com uma seringa de 100 μL). <i>Pusher block</i> realçado a cor laranja. Avanço do <i>pusher block</i> para a direita move o êmbolo da seringa fazendo ejetar fluido a um passo determinado pelo passo do parafuso.	15
Figura 3.1 – Ilustração gráfica da avaliação da incerteza-padrão de uma quantidade de entrada de observações repetidas. Imagem retirada de [17].	21
Figura 3.2 – Distribuição retangular.	22
Figura 3.3 – Distribuição triangular	23
Figura 4.1 – Imagem representativa do <i>front tracking principle</i> . Representado a bomba doseadora (Nexus 3000) equipada de uma seringa. Imagem à direita representa a ampliação do êmbolo da seringa com uma seta indicativa do avanço.	28
Figura 4.2 - Montagem experimental do <i>FTP</i> ; câmara posicionada em linha com o êmbolo da seringa.	28
Figura 4.3 – Fotografia do <i>software</i> de captura de imagem da primeira montagem experimental aplicada ao <i>FTP</i> ; êmbolo da seringa visível na parte inferior da seringa; interface água-ar visível na parte superior da seringa.	29
Figura 4.4 – Segunda montagem experimental; câmara e catetómetro colocados em linha com o êmbolo da seringa; adicionado sistema de iluminação.	30
Figura 4.5 – êmbolo da seringa realçado com uma figura oval.	30
Figura 5.1 - Montagem experimental	35
Figura 5.2 - resultado medido para um caudal de 2 $\mu\text{L/h}$	37
Figura 6.1 – Definição do metro de 1791, <i>mètre des Archives</i> . Imagem retirada de [23].	39
Figura 6.2 – Barra de platina iridiada. Imagem retirada de [23].	40
Figura 6.3 – Realização prática da definição atual do metro através de um Sintetizador de Frequências Ópticas (SFO) (à esquerda) através de um Laser de He-Ne estabilizado (à esquerda).	40
Figura 6.4 – Interferência construtiva (a) e destrutiva (b) de duas ondas harmónicas. Imagem retirada de [26].	42
Figura 6.5 – Imagem exemplificativa de um padrão de franjas construtivas e destrutivas. Adaptado de [27]	43
Figura 6.6 – Esquema de um interferómetro de Michelson	44
Figura 6.7 – Montagem experimental de um Interferómetro de Michelson; Emissor de Laser à esquerda; Divisor de feixes no centro; Dois espelhos retrorrefletores à direita e em cima.	44
Figura 6.8 - <i>Cosine error</i> . Imagem retirada de [28].	46
Figura 6.9 – Verificação do erro do coseno	48

Figura 6.10 – Modelação 3D em SolidWorks® do gerador de caudal (Bomba doseadora -Nexus 3000; seringa de 100 µL). Elemento móvel representado a laranja (<i>pusher block</i>).	50
Figura 6.11 - passos sucessivos da segunda montagem experimental que levaram à configuração final do padrão.	52
Figura 6.12 – cubo retrorrefletor simples	53
Figura 6.13 - Unidade de controlo do interferómetro; (1) <i>Display</i> da distância medida em mm; (2) Intensidade do sinal; (3) Indicador ON/OFF; (4) Botão ON/OFF	53
Figura 6.14 - Imagem adaptada. Cabeça do laser. (1) Indicador laser ligado; (2) Indicador do sinal; (3) Orifício de saída do laser; (4) orifício de retorno do laser; (5) controlo de abertura; (6) anel da torre.	54
Figura 6.15 - Imagem adaptada de HP Laser Measurement User's Guide	54
Figura 6.16 – Processo para minorar e majorar a trajetória do laser (overlapping dots); Certificação de que a trajetória do laser se encontra em conformidade segundo uma referência; Ranhura presente na mesa.	55
Figura 6.17 – Montagem do cubo retrorrefletor no sistema de suporte para ajuste de altura	56
Figura 6.18 – Nivelamento dos cubos 1 e 2	57
Figura 6.19 – Montagem experimental; ensaios interferométricos	57
Figura 6.20 – Enconsto da Nexus aos pinos	58
Figura 6.21 - <i>Software</i> de controlo da Nexus 3000.	60
Figura 6.22 – Montagem experimental 2	61
Figura 6.23 – Perfil real (P) e perfil nominal (N). Imagem retirada de [29]	63
Figura 6.24 – Protótipo da peça de ajuste ao gerador de caudal em SolidWorks (esquerda); ..	66
Figura 6.25 - Vista de Frente (esquerda) e Alçado direito (direita) do pusher block	67
Figura 6.26 Height Adjuster (à esquerda); Montagem Height Adjuster e Nexus Adjuster - representado a verde (à direita)	68
Figura 6.27 - Montagem dos elementos; Cubo retrorrefletor, Height adjuster; Nexus adjuster; Pusher Block	68
Figura 6.28 - Desenho da peça Nexus Adjuster	69
Figura 7.1- Caudais calculados para um caudal imposto de 1 µL/h com barras de incerteza expandida (resultados correspondentes à Tabela 7.1)	73
Figura 7.2 - Caudais calculados para um caudal imposto de 0,8 µL/h com barras de incerteza expandida	73
Figura 7.3 - Caudais calculados para um caudal imposto de 0,3 µL/h com barras de incerteza expandida	74
Figura 7.4 - Caudais calculados para um caudal imposto de 0,1 µL/h com barras de incerteza expandida	75
Figura 7.5 - Resultados dos ensaios 15.1 a 17.4 para um caudal imposto de 0,1 µL/h com adição de massa.	77
Figura 7.6 - Resultados dos ensaios 18.1 a 18.4 para um caudal imposto de 0,05 µL/h com adição de massa	78
Figura 7.7 - Resultados dos ensaios 19.1 a 20.3 para um caudal imposto de 0,01 µL/h com adição de massa	78
Figura 7.8 - Resultados dos ensaios 21.1 a 22.3 para um caudal imposto de 0,03 µL/h com adição de massa	79
Figura 7.9 - Ensaios 23, 24 e 28 com uma duração aproximada de 6000 segundos	82
Figura 7.10 – Ensaios 25, 26 e 27 com uma duração aproximada de 6000 segundos	82
Figura 7.11 – Resultados para um caudal imposto de 0,009 µL/h usando o protótipo Nexus adjuster	84
Figura B1 - Esquema de uma viga em consola (<i>cantilever</i>): (1) corpo rígido, (2) suporte, (3) dobradiça, (4) superfície superior da viga que poderá ser funcionalizada com uma camada de deteção de moléculas, (5) superfície inferior da viga. Dimensões geométricas, comprimento l, largura w e espessura t, são indicadas.	92
Figura B2 - Imagem exemplificativa do princípio pretendido explorar	93

Índice de tabelas

Tabela 2.1 – Resumo dos resultados relatados no estado da arte.	13
Tabela 3.1 – Relação graus de liberdade e fator de expansão para 95,45 %. Adaptado de [14]	25
Tabela 4.1 – Intervalos de valores das condições ambientais necessárias à realização dos ensaios.	29
Tabela 5.1 – Determinação do volume	38
Tabela 6.1 – Problemas deparados com a primeira montagem experimental e medidas correctivas aplicadas para diminuição do erro experimental	59
Tabela 6.2 – Legenda dos símbolos utilizados	65
Tabela 7.1 - Resultados da montagem experimental 1	72
Tabela 7.2 - Resultados para caudais usando a 2 ^a montagem experimental (a), adicionando massa para redução de vibrações.	76
Tabela 7.3 - Resultados para caudais usando a 2 ^a montagem experimental (b), com massa adicionada e com tempo de estabilização.	81
Tabela 7.4 – Resultados usando o protótipo <i>Nexus adjuster</i>	84

Acrónimos e siglas

ACTF	Área de Comprimento, Tempo e Fotometria
AETA	Área de Eletricidade, Temperatura e Acústica
AMVP	Área de Massa, Volume e Propriedade dos Líquidos
AQME	Área de Quantidade de Matéria e Eletroquímica
<i>BIPM</i>	<i>Bureau International des Poids et Mesures</i>
<i>CEN</i>	<i>European Committee for Standardization</i>
<i>CENELEC</i>	<i>European Committee for Electrotechnical Standardization</i>
<i>CGPM</i>	<i>Conference General des Poids et Mésures</i>
DEMI	Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial
DMET	Departamento de Metrologia
Eq.	Equação
<i>EMRP</i>	<i>European Metrology Research Programme</i>
<i>EURAMET</i>	<i>European Association of National Metrology Institutes</i>
FCT	Faculdade de Ciências e Tecnologia
<i>FTP</i>	<i>Front tracking principle</i>
<i>GRM</i>	<i>Gravimetric Regression Method</i>
<i>GRM-R</i>	<i>Gravimetric Regression Method with Reduced evaporation</i>
<i>HP</i>	<i>Hewlett Packard</i>
IPQ	Instituto Português da Qualidade
<i>ISO</i>	<i>International Organization for Standardization</i>
<i>LED</i>	<i>Light emitting diode</i>
LC	Laboratório de Comprimento
LNM	Laboratório Nacional de Metrologia
LVC	Laboratório de Volumes e Caudal
<i>MeDD</i>	<i>Metrology for Drug Delivery</i>
<i>MEMS</i>	<i>Micro Electro-Mechanical System</i>
<i>OIML</i>	<i>International Organization for Legal Metrology</i>
PCB	Printed Circuit Board
QCM	Quartz Crystal Microbalance

SFO	Sintetizador de Frequências Ópticas
SI	Sistema Internacional
SPQ	Sistema Português da Qualidade
UNL	Universidade Nova de Lisboa
VIM	Vocabulário Internacional de Metrologia

Simbologia

a^-	Limite inferior
a^+	Limite superior
A	Área
c_0	Velocidade da luz no vazio
c_i	Coefficiente de sensibilidade
d	Distância medida
E_1	Espelho 1
E_2	Espelho 2
f	Frequência
$f(x)$	Função densidade de probabilidade
I_E	Resultado da pesagem do recipiente vazio
I_L	Resultado da pesagem do recipiente cheio de líquido
k	Fator de expansão
L	Valor máximo da distância medida ao longo dos ensaios
Δm	Variação da massa
m_1	Massa no instante 1
m_0	Massa no instante 0
$\sum \dot{m}_{in}$	Massa volúmica na secção de entrada
$\sum \dot{m}_{out}$	Massa volúmica na secção de saída (“fluxo de massa”)
n	Número de observações
Q	Caudal volúmico
q	Quantidade de variação aleatória descrita por uma função de distribuição de probabilidade
q_k	Observações
\bar{q}	Média aritmética das observações
r	Raio do diâmetro interno da seringa
$r(x_i, x_j)$	Coefficiente de covariância
$s(q_k)$	Desvio padrão experimental
t	Temperatura do líquido usado na calibração
t_0	Temperatura de referência
t	Tempo (capítulo 6 e adiante)
t_f	Tempo final
t_i	Tempo inicial
$U(V_{20})$	Incerteza expandida do volume à temperatura de referência de 20 graus Celsius
$u(x_i)$	Incerteza-padrão
$u^2(x_i)$	Variância-padrão
$u_c(y)$	Incerteza-padrão combinada da estimativa da grandeza de saída
$U_{paquímetro}$	Incerteza expandida do paquímetro proveniente do certificado de calibração
$u(d)$	Incerteza-padrão combinada da distância medida
$u(r)$	Incerteza-padrão referente ao diâmetro interno da seringa
$u(t)$	Incerteza-padrão referente ao tempo
u_A	Contribuição para a incerteza-padrão dos componentes independentes de L
u_L	Contribuição para a incerteza-padrão dos componentes dependentes do valor nominal L
$u(Q)$	Incerteza-padrão do caudal
$U(Q)$	Incerteza expandida do caudal

v	Velocidade
V_0	Volume, à temperatura de referência t_0
v_{ef}	Número de graus de liberdade efetivos
X_i	Grandeza de entrada
x_i	Estimativa da grandeza de entrada
x_1	Distância inicial
x_2	Distância final
Y	Grandeza de saída
y	Estimativa da grandeza de saída
γ	Coeficiente de expansão térmica do instrumento sob calibração
δm_{imp}	Impulsão
δ_{evap}	Evaporação
η	Índice de refração do ar
λ	Comprimento de onda
μ	Expectativa ou média da função de distribuição de probabilidade da variável aleatória q
ρ_A	Massa volúmica do ar
ρ_B	Massa volúmica das massas usadas durante a medição ou durante a calibração da balança
ρ_W	Massa volúmica da água
σ	Desvio-padrão
σ^2	Variância da distribuição de probabilidade
φ_0	Ângulo constante
$\phi_{interno}$	Diâmetro interno da seringa
ω	Frequência angular das ondas

Vocabulário de enquadramento VIM

Apresentação de alguns conceitos básicos de metrologia provenientes do Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM) [1].

Metrologia

A ciência da medição e as suas aplicações

Grandeza

Propriedade dum fenómeno dum corpo ou de uma substância, que pode ser expressa quantitativamente sob a forma dum número e duma referência.

Sistema internacional de grandezas

Sistema de grandezas baseado nas sete grandezas de base: comprimento, massa, tempo, corrente elétrica, temperatura termodinâmica, quantidade de matéria e intensidade luminosa.

Medição

Processo de obtenção experimental dum ou mais valores que podem ser, razoavelmente, atribuídos a uma grandeza.

Mensuranda

Grandeza que se pretende medir

NOTA: a especificação duma mensurada requer o conhecimento da natureza da grandeza e a descrição do estado do fenómeno, do corpo ou da substância da qual a grandeza é uma propriedade, incluindo qualquer constituinte relevante e as entidades químicas envolvidas.

Procedimento de medição

Descrição detalhada duma medição de acordo com um ou mais princípios de medição e com um dado método de medição, baseada num modelo de medição e incluindo todo o cálculo destinado à obtenção dum resultado de medição.

Resultado de medição

Conjunto de valores atribuídos a uma mensurada, juntamente com toda outra informação pertinente disponível.

Valor verdadeiro de uma grandeza

Valor duma grandeza compatível com a definição da grandeza.

Erro de medição

Diferença entre o valor medido duma grandeza e um valor de referência.

Condição de repetibilidade de medição

Condição de medição num conjunto de condições, as quais incluem o mesmo procedimento de medição, os mesmos operadores, o mesmo sistema de medição, as mesmas condições de operação e o mesmo local, assim como medições repetidas no mesmo objeto ou em objetos similares durante um curto período de tempo.

Repetibilidade de medição

Fidelidade ou precisão de medição sob um conjunto de condições de repetibilidade.

Condição de reprodutibilidade de medição

Condição de medição num conjunto de condições, as quais incluem diferentes locais, diferentes operadores, diferentes sistemas de medição e medições repetidas no mesmo objeto ou em objetos similares.

Reprodutibilidade de medição

Fidelidade ou precisão de medição conforme um conjunto de condições de reprodutibilidade.

Incerteza de medição

Parâmetro não negativo que caracteriza a dispersão dos valores atribuídos a uma mensuranda, com base nas informações utilizadas.

Rastreabilidade metrológica

Propriedade dum resultado de medição pela qual tal resultado pode ser relacionado a uma referência através duma cadeia ininterrupta e documentada de calibrações, cada uma contribuindo para a incerteza de medição.

Instrumento de medição

Dispositivo utilizado para realizar medições, individualmente ou associado a um ou mais dispositivos suplementares.

Sistema de medição

Conjunto dum ou mais instrumentos de medição e frequentemente outros dispositivos, compreendendo, se necessário, reagentes e fontes de alimentação, montando e adaptando para fornecer informações destinadas à obtenção dos valores medidos, dentro de intervalos especificados para grandezas especificadas.

Sensor

Elemento dum sistema de medição que é diretamente afetado por um fenómeno, corpo ou substância que contem a grandeza a ser medida.

Resolução

Menor variação da grandeza medida que causa uma variação perceptível na indicação correspondente.

Estabilidade de um instrumento de medição

Propriedade dum instrumento de medição segundo a qual este mantém as suas propriedades metrológicas constantes ao longo do tempo.

Padrão de medição

Realização da definição duma dada grandeza, com um valor determinado e uma incerteza de medição associada, utilizada como referência.

Incerteza-Padrão relativa

Incerteza-padrão dividida pelo valor absoluto do valor (da quantidade) medido

1 Introdução

1.1 Motivação e Objetivos

A indústria farmacêutica gera fluxos de vendas da ordem de vários milhões de euros todos os anos e o custo de desenvolvimento de novas e mais potentes medicamentos atinge dimensões cada vez maiores. Uma forma potencial de reduzir estes custos é realizar investigação de novos produtos à escala nano, de modo a reduzir a quantidade de compostos químicos utilizada. Surge então a necessidade de usar dosagens altamente precisas, de pequenas quantidades de reagentes químicos, no campo das pesquisas farmacêuticas.

Existem ainda outras áreas onde a medição de microcaudal começa a ser relevante, nomeadamente a química orgânica, a medicina e a neonatologia, em que a correta calibração de instrumentos doseadores de líquidos assume um papel crítico nos primeiros meses de vida de um bebé que precisa de receber fármacos por via endovenosa. Existem medicamentos, como o Piralt®, por exemplo, cuja administração necessita de ser contínua e feita por via de um cateter intratecal com dosagens a atingir valores tão baixos como 15 nL/min (0,9 µL/h) [2]. Alguns micro-reagentes em química orgânica exigem caudais tão baixos como 25 nL/min (1,5 µL/h), e métodos de cromatografia líquida de alta eficiência usam caudais ainda mais pequenos, na ordem dos 5 nL/min (0,3 µL/h) [3]. Desta forma, a garantia de se conseguir fazer a calibração de sistemas de microcaudal assume uma importância muito grande, uma vez que uma administração errada da dosagem de medicamentos/fármacos pode causar efeitos indesejados e, por vezes irreversível, no tratamento de pacientes.

Procurando dar resposta à necessidade de medição com exatidão de caudais na ordem dos sub-µL foi submetido e aprovado o projecto *European Metrology Research Programme (EMRP) - Metrology for Drug Delivery (MeDD)* [4], que é um projecto da *European Association of National Metrology Institutes (EURAMET)* financiado pela União Europeia, com o intuito de melhorar a eficiência no tratamento de pacientes que estejam dependentes de administração de fármacos feita por intermédio de instrumentos perfusores.

Foi neste contexto que surgiu o tema da dissertação que aqui se apresenta, e que resulta de uma parceria existente entre o Instituto Português da Qualidade (IPQ) e o Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial (DEMI) da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa (FCT-UNL).

Na tentativa de se conseguirem medições abaixo dos 1 µL/h, que não podem (de momento) ser obtidas através do método gravimétrico, comumente utilizado, pretendeu-se conceber e dimensionar uma montagem experimental capaz de permitir a medição de microcaudal de fluidos inferior a 1 µL/h. Desta forma, outros métodos além do gravimétrico serão abordados durante a elaboração do presente documento, sendo eles o *front tracking principle (FTP)* e o método interferométrico.

1.2 Estrutura da Dissertação

Numa primeira parte deste trabalho foi feita uma revisão bibliográfica acerca das tecnologias existentes e os conceitos aplicados para a medição de microcaudal.

Numa segunda parte, apresentam-se dois métodos testados o *FTP* e o método gravimétrico, seguindo para o foco central desta dissertação, a medição de microcaudal através da interferometria.

Esta dissertação está dividida em 8 capítulos: Introdução, Estado da Arte, Incertezas, *Front Tracking Principle*, Método Gravimétrico, Método Geométrico, Análise e Discussão e Conclusão.

No segundo capítulo faz-se um breve resumo de estudos realizados internacionalmente, que se destacaram, com a apresentação de alguns resultados de forma a criar uma referência acerca dos volumes e caudais medidos e erros obtidos, assim como a apresentação de um leque de ideias que surgiram com a leitura das diversas referências bibliográficas.

No terceiro capítulo é apresentado uma introdução às incertezas.

O quarto e quinto capítulo reporta a tentativa de medição de caudal usando o *FTP* e o método gravimétrico. Embora não tendo tido sucesso com estas abordagens passa-se então ao sexto capítulo que se inicia com uma introdução ao conceito do metro e da tecnologia de medição de distância utilizada, a interferometria.

No sétimo capítulo são apresentados os resultados para as quatro diferentes situações abordadas, para a Montagem 1, Montagem 2a (adição de massa), Montagem 2b (adição de massa e tempo de estabilização) e Montagem 3 (*Nexus adjuster*). Por último faz-se um pequeno resumo comparando os resultados das três situações abordadas, deixando de parte a última montagem.

No oitavo capítulo são apresentadas as conclusões e finalizando a dissertação deixa-se algumas sugestões para futuros trabalhos.

1.3 Enquadramento

A dissertação foi elaborada no âmbito de um estágio curricular realizado no Instituto Português da Qualidade (IPQ) e sob orientação do Professor Rui Fernando Martins (FCT/UNL, DEMI) e da responsável pelo Laboratório de Volumes e Caudal (LVC), Mestre Elsa Batista. No decorrer desta tese foi ainda solicitada a colaboração da Dra. Fernanda Saraiva, mais especificamente na parte da interferometria. A primeira fase do estágio consistiu na familiarização com o equipamento existente no LVC e com os procedimentos experimentais mais comuns à calibração de instrumentos doseadores de caudal, de forma a averiguar qual o menor caudal passível de ser medido com confiança através do método gravimétrico e com o procedimento experimental aplicado até à data. O menor caudal medido com exatidão através do método gravimétrico foi de 3 $\mu\text{L/h}$

Para além do referido, o estágio iniciou-se com uma formação em metrologia onde se aprenderam os conceitos de:

- Calibração de material volumétrico por gravimetria;
- Calibração em caudal de instrumentos doseadores de líquidos pelo método gravimétrico;
- Calibração de instrumentos de pesagem manual.

1.3.1 Estrutura da Qualidade em Portugal

O Sistema Português da Qualidade (SPQ) (Figura 1.1) define-se como o conjunto integrado de entidades e organizações interrelacionadas e interactuantes que, seguindo princípios, regras e procedimentos aceites internacionalmente, congrega esforços para a dinamização da qualidade em Portugal e assegura a coordenação dos três subsistemas – normalização, qualificação e metrologia – com vista ao desenvolvimento sustentado do País e ao aumento da qualidade de vida da sociedade geral [5].

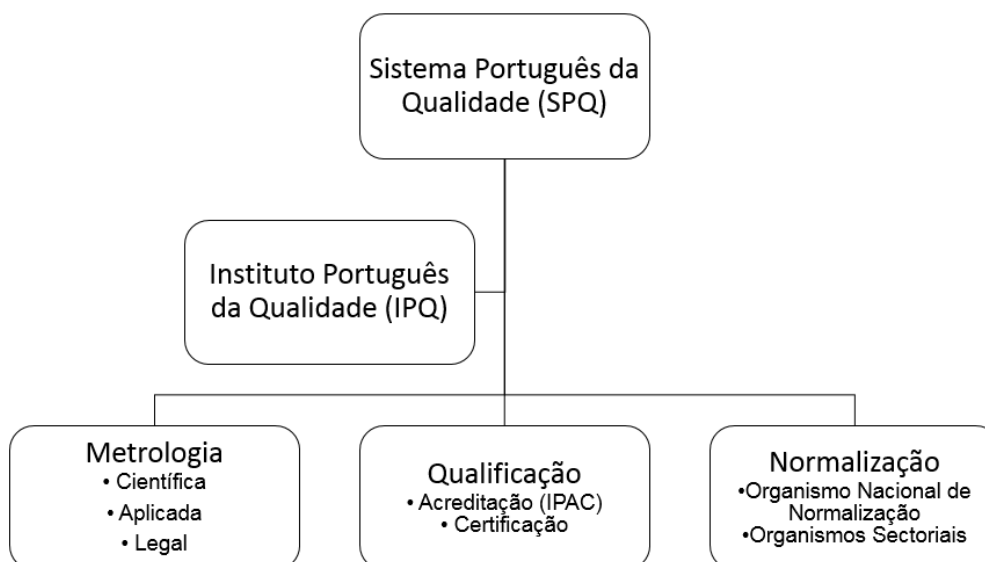


Figura 1.1 – Subsistemas do SPQ

1.3.2 Instituto Português da Qualidade

O Instituto Português da Qualidade (IPQ) foi criado pelo Decreto-Lei nº 183/86 de 12 de Julho, tendo como missão a coordenação do Sistema Português da Qualidade (SPQ) e de outros sistemas regulamentares que lhe forem conferidos por lei e a promoção e a coordenação de atividades que visem contribuir para demonstrar a credibilidade da ação dos agentes económicos.

A última revisão das suas atribuições foi realizada pelo Decreto-Lei nº 71/2012, 21 de Março [5].

O IPQ é também o Organismo Nacional de Normalização e a Instituição Nacional de Metrologia que tem as seguintes atribuições:

- Gerir, coordenar e desenvolver o SPQ;

- Promover, coordenar e acompanhar os trabalhos de normalização desenvolvidos no âmbito da rede de organismos de normalização sectorial;
- Assegurar a representação de Portugal nas estruturas europeias relevantes para a sua missão;
- Gerir o Laboratório Nacional de Metrologia;
- Assegurar e gerir o sistema de controlo metrológico legal dos instrumentos de medição;
- Gerir o Museu de Metrologia.

No que concerne à participação a nível internacional, o IPQ assegura a representação de Portugal em várias estruturas europeias e internacionais relevantes para a sua missão, designadamente, no *European Committee for Standardization (CEN)*, no *European Committee for Electrotechnical Standardization (CENELEC)*, na *International Electrotechnical Commission (IEC)*, na *Conference General des Poids et Mesures (CGPM)*, na *International Organization for Legal Metrology (OIML)*, na EURAMET, associação de laboratórios nacionais de metrologia da Europa e na *International Organization for Standardization (ISO)* [6].

A organização interna do IPQ é representada na Figura 1.2 através do organograma [7].

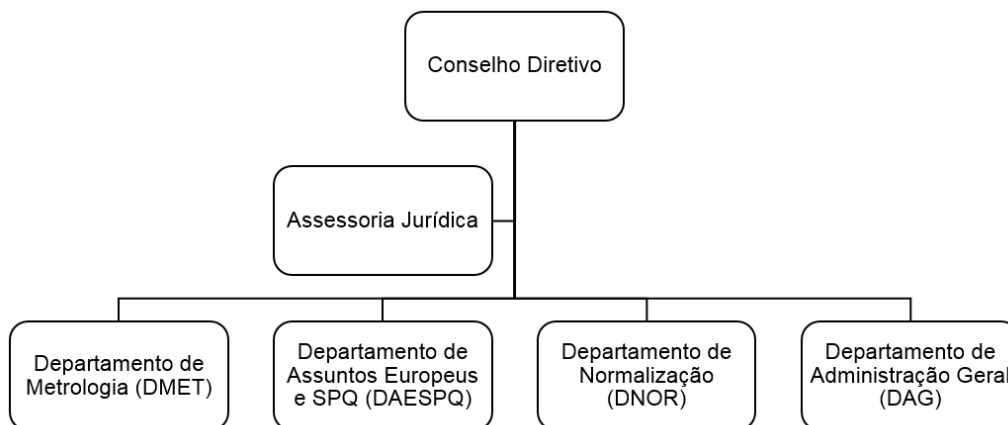


Figura 1.2 – Estrutura organizacional do IPQ

O Departamento de Metrologia (DMET) do IPQ (Figura 1.3) é constituído pelo Laboratório Nacional de Metrologia (LNM), pela Unidade de Metrologia Legal e pelo Museu. O Laboratório Nacional de Metrologia do IPQ possui a totalidade dos padrões nacionais das unidades de medida das grandezas base do Sistema Internacional (SI) e este assegura a realização dos padrões nacionais das unidades de medida, assegurando e garantindo a cadeia nacional de rastreabilidade, e está dividido em 4 áreas: Área de Quantidade de Matéria e Eletroquímica (AQME), Área de Eletricidade, Temperatura e Acústica (AETA), Área de massa, Volume e Propriedades dos Líquidos (AMVP) e Área de Comprimento, Tempo e Fotometria (ACTF).

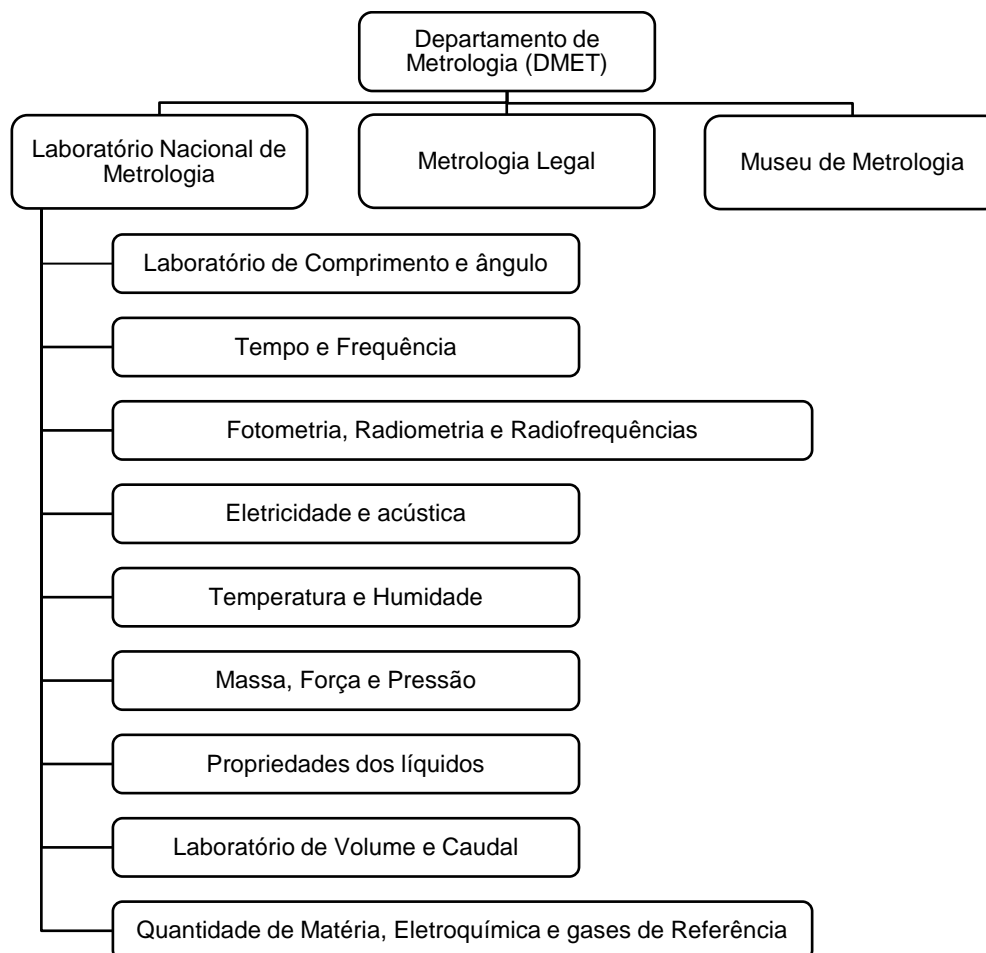


Figura 1.3 – Estrutura orgânica do DMET

1.3.3 Laboratório de Volume e Caudal

O Laboratório de Volume e Caudal (LVC) (Figura 1.3), está inserido no Departamento de Metrologia (DMET) do IPQ.

O Laboratório de Volume e Caudal (LVC) presta serviços de calibração à indústria, principalmente a organismos de verificação metrológica (água e combustíveis), laboratórios químicos, analíticos e farmacêuticos. Além de prestar serviços externos, desenvolve também, em parceria com universidades, diversos trabalhos de validação e melhoramento de padrões de calibração.

1.3.4 Laboratório de Comprimento e Ângulo

O Laboratório de Comprimento (LC) é responsável pelo desenvolvimento dos padrões metrológicos nacionais de Comprimento e Ângulo plano. Efetua a realização da unidade de base metro da grandeza de base comprimento e da unidade derivada radiano da grandeza derivada do ângulo plano e dissemina os padrões nacionais, de modo a garantir a rastreabilidade através de processos de calibração de padrões ou de instrumentos de medição de comprimento, ângulo, forma, rugosidade e metrologia dimensional.

2 Estado da arte (*Background*)

A metrologia é a ciência da medição que conjuga medições experimentais e teóricas, a todos os níveis de incerteza, em todos os campos da ciência e da tecnologia.

A gravimetria é reconhecida, há mais de meio século, como o método padrão utilizado para realizar calibrações de volumes de líquido em laboratórios e na indústria [8]. Este método usa uma balança para medir a massa do líquido e, sabendo a massa volúmica deste, é possível calcular o seu volume. No entanto, exige que o sistema que contém o fluido seja de extrema eficácia e que a possível evaporação na saída do sistema seja prevenida ou tomada em conta.

A montagem experimental simplificada para medição de caudal de forma gravimétrica requer apenas uma balança e um cronómetro. Contudo, para caudais abaixo dos 6 $\mu\text{L/h}$ [3], problemas como as condições ambientais, a evaporação do líquido ou as forças de impulsão atuando no prato da balança necessitam de especial atenção, visto que se tornam fatores com uma importância acrescida. Como tal, a complexidade da montagem experimental, assim como as incertezas combinadas das medições, aumentará. Normalmente todas as balanças necessitam de um tempo de estabilização para que atinjam o equilíbrio após terem sido carregadas com uma massa (entre 2 a 10 segundos); mas, à escala que se pretende trabalhar nesta dissertação, a evaporação do líquido que ocorre durante o tempo de estabilização impede que se façam leituras estáveis. Devido à inevitável evaporação do líquido do prato da balança, a amostra medida nunca chega a um equilíbrio, gerando assim um erro que domina a estimativa da incerteza. Simultaneamente, outro requisito básico é ter um bom controlo do caudal no sistema requerido e, isto aplica-se ainda mais em experiências da ordem de grandeza dos nano, nos quais as incertezas e as potenciais fontes de erro são mais significativos. Um método comum de fornecer caudal é através de bombas doseadoras (refere-se a bombas doseadoras de líquidos, ao longo do trabalho como sendo o equipamento que será equipado de uma seringa tornando-se no gerador de caudal). Uma das vantagens destes aparelhos é a facilidade de utilização e o facto de requerer uma mínima manipulação do fluido. Os caudais podem ser gerados de forma bastante simples e são dependentes do tamanho da seringa e do avanço do êmbolo, sendo também muito importante que a seringa e o sistema de distribuição não admitam pulsação do caudal.

As calibrações de sistemas de microfluidos são normalmente realizadas usando uma balança de alta precisão para medir a massa em função do tempo (método gravimétrico para caudal) ou por comparação direta com bombas doseadoras de alta precisão. Até à data as calibrações de sistemas de caudal têm sido feitas usando o método gravimétrico como o padrão de referência. Não obstante, na tentativa de ultrapassar as adversidades que este método apresenta, diversos investigadores têm vindo a tentar estabelecer novos padrões, fazendo abordagens inovadoras e usando técnicas e diferentes montagens experimentais, as quais se procuraram descrever neste capítulo.

Apresenta-se um breve resumo de trabalhos, realizados internacionalmente, que apresentam particular interesse, assim como os resultados por eles obtidos.

2.1 Trabalhos realizados internacionalmente

1. *Non-contact determination of velocity and volume of nanoliter droplets on the fly* [9].

Neste estudo é apresentado um sensor capaz de medir a velocidade e o volume de nano-gotas, sem contacto, enquanto as gotas dispensadas por um dispositivo (*Pipe Jet dispenser*) estão no percurso aéreo, com um movimento descendente causado pelo efeito gravítico (Figura 2.1). O princípio de funcionamento baseia-se na influência que as gotas que passam através do campo elétrico de um condensador de placas abertas têm nesse mesmo campo, sendo que o efeito depende dos parâmetros da gota, tais como volume, velocidade, assim como da constante dielétrica. O desempenho do dispositivo pode ser continuamente monitorizado *online*. O sensor experimental é manufacturado em *printed board circuit (PCB)* e feito de modo a que tenha uma fácil implementação ao *PipeJet Dispenser*, ver Figura 2.2.

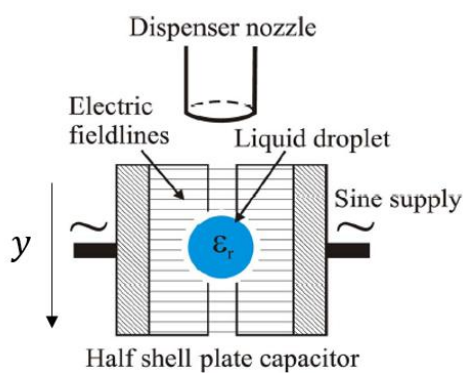


Figura 2.1 – Diagrama do princípio de medição capacitivo. Gota de água passa pelo campo elétrico do condensador de placas abertas. Imagem retirada de [9].

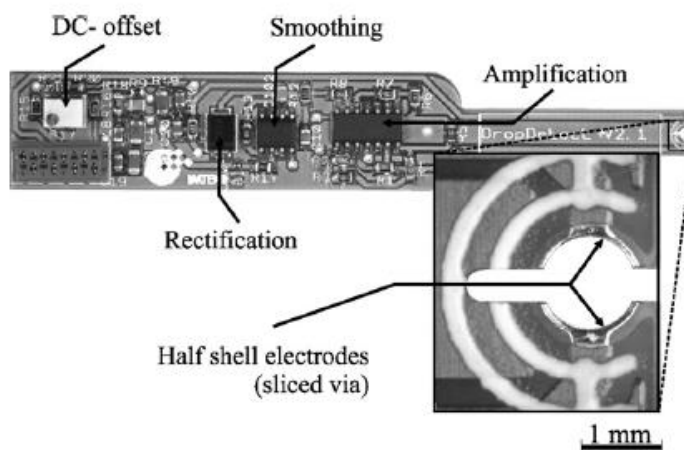


Figura 2.2 – Protótipo do sensor *PCB V2.1*, adaptado ao *Pipejet Dispenser* (*PipeJet™ dispenser P18*). Imagem retirada de [9]

A aplicação da equação de calibração (consultar [9]) associada ao sensor de medição permitiu obter medições de gotas dispensadas na gama de $V = \{26 - 82 \text{ nL}\}$ com um erro máximo de $\Delta V = \pm 3 \text{ nL}$.

2. Design and uncertainty assessment of a setup for calibration of microfluidic devices down to 5 nL/min [3].

Este projeto foca-se na caracterização de um sistema de medição e calibração de caudais líquidos até 0,3 $\mu\text{L/h}$ (5 nL/min) (Figura 2.3). A montagem experimental conta com um sistema de aquisição de imagem montado numa estrutura de guiamento de alta precisão controlado por computador para seguir a trajetória do menisco dentro de uma capilaridade de vidro. A incerteza combinada do caudal foi avaliada para ensaios com duração variável entre 15 s a 1 h e caudais nominais entre 0,3 a 3 $\mu\text{L/h}$. Pode observar-se na Figura 2.4 as imagens captadas do avanço do êmbolo da seringa com dois caudais diferentes num intervalo de 10 s entre cada *frame*.

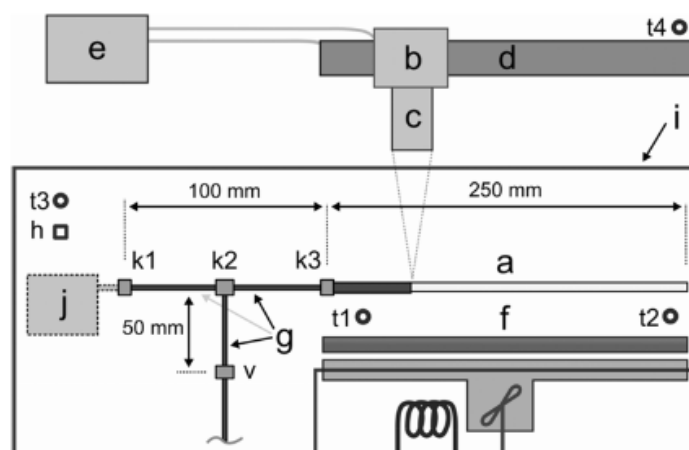


Figura 2.3 – Representação da montagem experimental. (a) capilaridade de vidro, (b) câmara CCD, (c) objetiva 200x, (d) estrutura de guiamento linear, (e) PC, (f) tubo fluorescente, (g) tubo PEEKsil, (h) sensor de humidade, (i) câmara com temperatura regulada, (j) Sistema fluido a ser verificado, (t1 a t4) termopares, (k1 a k3) encaixes para PEEK, (v) válvula. Imagem retirada de [3].

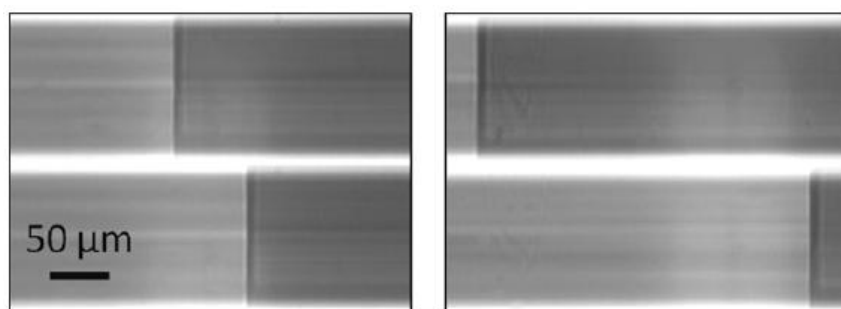


Figura 2.4 – Imagem do menisco a 0,6 $\mu\text{L/h}$ (esquerda) e 3 $\mu\text{L/h}$ (direita). Intervalo de tempo entre cada *frame* é 10 s. Imagem retirada de [3].

O método proposto por M. Ahrens [*et al.*] [3] pode ser usado para medições contínuas de caudais até 0,3 $\mu\text{L/h}$ ao longo de períodos de tempo que se podem estender até 9 h. Caudais nominais de 0,3 $\mu\text{L/h}$ podem ser medidos com uma incerteza expandida de $\pm 8,3 \%$ para medições iguais ou superiores a 60 s. A incerteza aproxima-se assintoticamente de $\pm 5,4 \%$ para tempos de medição superiores a 300 s.

3. Novel gravimetric calibration method for nanoliter liquid handling devices [8].

O método de calibração proposto é baseado no método gravimétrico. O método de regressão gravimétrica (GRM) usa uma ultra-microbalança para calcular a massa. O líquido é colocado dentro de uma cápsula coberta por uma camada oleosa de silicone para reduzir a evaporação. Este novo método é uma pequena variação do GRM sendo que incorpora uma pequena camada oleosa para reduzir o efeito da evaporação durante os ensaios; não obstante, ainda é aplicado um método numérico para compensar este efeito. O nome do método é “*gravimetric regression method with reduced evaporation (GRM-R)*”.

Os resultados obtidos para este método, adaptado da norma ASTM-E542, e que atenuam os erros de medição gerados pela evaporação fazendo uma média das leituras da balança antes e depois do impacto da gota no prato da balança, apresentam uma incerteza expandida ($U(V_{20})$, $k=2$) de 0,0026 μL para um volume de 0,025 nL, o que equivale a uma incerteza expandida, $U(V_{20})$, de 10,4 %.

4. Liquid volume measurement method for the picoliter to nanoliter volume range based on quartz crystal microbalance technology [10].

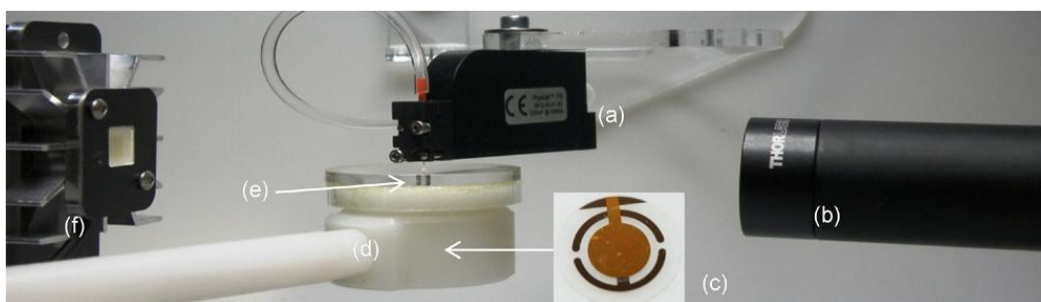


Figura 2.5 – Montagem experimental. (a) PipeJet P9; (b) câmara estroboscópica; (c) sensor QCM; (d) suporte para QCM; (e) cobertura PMMA com furo de 2 mm no topo; (f) iluminação LED. Imagem retirada de [10].

Neste artigo, um método de medição quantitativa de um volume líquido na gama dos sub-nanolitro usando uma microbalança de cristal de quartzo (QCM) é descrito. O dispositivo primário de medição para determinar o volume de pequenas gotas de líquido é um sensor QCM cuja superfície se encontra revestida de um hidrogel para melhorar o acoplamento mecânico do líquido à superfície do sensor. A avaliação experimental mediu volumes que variaram entre 0,003 μL a 0,015 μL usando três sensores diferentes usando uma cobertura de hidrogel PDMAA – 1 % MaBP (*polydimethylacryl-amide with 1% methacryloyloxybenzophenone*). A baixa reprodutibilidade desta montagem implica uma incerteza expandida, com $k = 2$, alta, de acordo com o GUM. Tendo sido obtida uma incerteza expandida de aproximadamente 0,00382 μL quando se pretende medir uma gota de 0,010 μL ($U(V_{20}) = 38,2\%$). São apresentados na Figura 2.6 os fatores de calibração, a espessura do sensor e os valores medidos, utilizados no artigo [10].

Sensor	Thickness [nm]	C_1	C_2	Experiments	Measured V_{20}			Reference V_{20}			Within 10% to mean ref.
					Mean [nL]	CV [%]	R^2	Mean [nL]	CV [%]	Rel. bias [%]	
#1	1474	0.058	-3.775	@~4 nL	4.04	7.0%	0.873	4.00	1.0%	1.0%	57%
				@~7 nL	5.40	7.3%		7.02	2.2%	-23.0%	
				@~10 nL	9.69	3.1%		9.68	1.1%	0.0%	
#2	1498	0.067	-6.074	@~4 nL	4.60	6.3%	0.963	4.76	0.9%	-3.5%	85%
				@~7 nL	8.37	3.0%		7.51	0.3%	11.4%	
				@~10 nL	10.35	2.0%		10.46	0.9%	-1.1%	
#3	1551	0.061	-5.497	@~4 nL	4.08	16.4%	0.974	4.18	8.9%	-2.3%	80%
				@~7 nL	7.36	2.3%		6.96	1.2%	5.8%	
				@~10 nL	10.52	3.4%		10.70	1.4%	-1.6%	
#4	1619	0.011	0.111	@~0.2 nL	0.21	8.7%	0.922	0.21	8.6%	-0.7%	47%
				@~0.45 nL	0.51	2.9%		0.47	3.1%	9.4%	
				@~0.7 nL	0.63	4.5%		0.70	4.0%	-9.5%	

Figura 2.6 –Avaliação de resultados de “Liquid volume measurement method for the picoliter to nanoliter volume range based on quartz crystal microbalance technology”.
Imagem retirada de [10].

5. A novel system for measuring liquid flow rates with nanoliter per minute resolution [11].

Este artigo reporta um sistema experimental para medições de caudais líquidos guiados por pressão através de microcanais. O escoamento é movido usando uma diferença de pressão, fazendo o uso de nitrogénio pressurizado na secção de entrada e, pressão atmosférica à secção de saída (ou uma pressão de nitrogénio mais baixa). O deslocamento do menisco é seguido dentro de um furo de alta precisão usando um *laser distance meter* (Keyence LT8110) montado num sistema controlado por *feed-back*. É apresentado na Figura 2.7 o esquema da montagem experimental utilizada no artigo. O princípio básico aplicado neste artigo para a medição de caudal é o rastreamento de um menisco formado entre uma superfície livre líquido/ar.

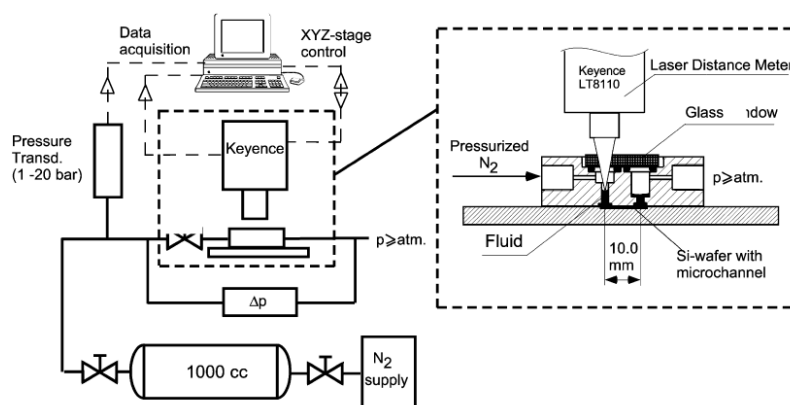


Figura 2.7 – Layout da montagem experimental. Imagem retirada de [11]

São reportadas medições com sucesso de caudais de 30 pL/s (0,108 μ L/h) usando um líquido não evaporativo (hexodecano) e para líquidos evaporativos como o etanol foram conseguidas leituras de caudal de 0,1 nL/s (0,36 μ L/h). No artigo não são indicados os cálculos das incertezas associadas aos diversos fatores que afetam a incerteza, assim como também não é indicado um valor para as incertezas expandidas obtidas aquando da medição dos caudais indicados. O artigo demonstrou interesse não tanto pelos valores quantitativos apresentados, mas sim pela forma como foi calculado o caudal, em que apresentam pequenos sensores que poderão ser posteriormente aplicados no desenvolvimento futuro da dissertação.

6. Novel gravimetric measurement technique for quantitative volume calibration in the sub-microliter range [12].

É descrito um novo método de medição baseado nos princípios de medição gravimétrica adaptados das normas ASTM-E542 e ISO 4787 para a determinação quantitativa do volume na gama do sub-microlitro. Devido à inevitável evaporação, a massa de líquido carregado no prato da balança sofre uma mudança ao longo do tempo. Após o tempo de estabelecimento, a massa detetada já não corresponde à massa imediatamente existente depois da ejeção da gota do dispensador; como tal, não é admissível realizar uma simples média dos valores lidos pela balança para a determinação da massa ($\Delta m = m_1 - m_0$). Uma possível maneira de resolver este problema é usar o método da regressão linear descrito [13]. Neste contexto a análise através da regressão linear é necessária para compensar os efeitos da perda de massa de líquido devido à evaporação, que se torna demasiado significativa em volumes tão reduzidos. Este método é referenciado como sendo “*gravimetric regression method (GRM)*”, apresentando incertezas expandidas de aproximadamente 12 nL para volumes medidos de 40 nL, equivalendo a incertezas expandidas, $U(V_{20})$, de cerca de 30 %. Os resultados de referência dos resultados de medição gravimétrica e medição fotométrica *Artel MVS* são apresentados na Figura 2.8

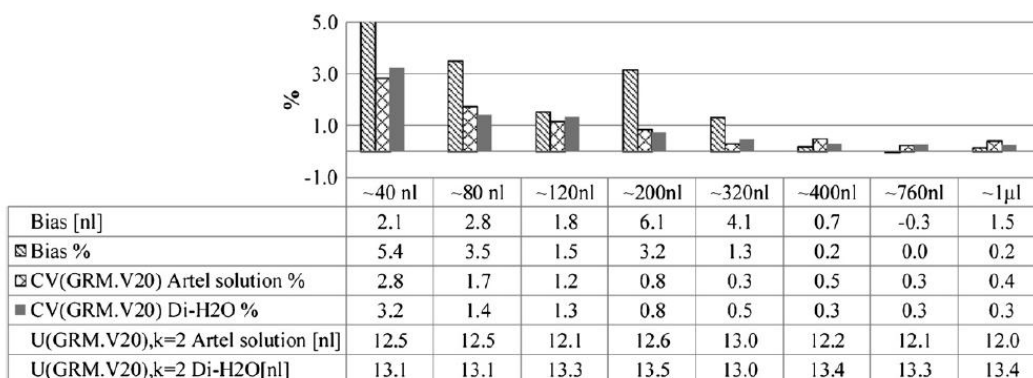


Figura 2.8 – Erro e coeficiente de variação do método de medição gravimétrico apresentado com Di-H2O e a solução da Artel. Imagem retirada de [12].

Apresenta-se na Tabela 2.1 um resumo dos trabalhos abordados, nos quais se refere o método aplicado, volume ou caudal mínimo relatado e a incerteza expandida:

Tabela 2.1 – Resumo dos resultados relatados no estado da arte.

Artigo	Método	Volume mínimo medido	Caudal mínimo medido	Incerteza expandida	Desvio-padrão	Erro máximo
1	Capacitivo	26 nL	-----	-----	2,2 nL	±3 nL
2	FTP	-----	0,3 µL/h	0,0249 µL/h	-----	-----
3	GRM-R	25 nL	-----	2,6 nL	-----	-----
4	QCM	10 nL	-----	3,82 nL	-----	-----
5	FTP	-----	0,108 µL/h	-----	-----	-----
6	GRM	40 nL	-----	12 nL	-----	-----

2.2 Geração de ideias

. Durante o decorrer da presente dissertação foram equacionadas várias hipóteses para fazer a medição de microcaudal, tendo sido o método interferométrico – descrito adiante - aquele que se comprovou mais adequado à obtenção de bons resultados.

Em seguida descrevem-se algumas ideias consideradas no período de concepção de um novo padrão de calibração de instrumentos doseadores de caudal inferior a 1 µL/h. Algumas destas ideias tendo sido originadas da leitura das diversas referências bibliográficas.

2.2.1 Medição de caudal numa bolha de plástico

O método gravimétrico é o método mais utilizado na calibração de instrumentos doseadores de fluidos tendo sido distinguido como o método padrão há mais de meio século para calibrações de volume [8]; no entanto, a evaporação do líquido aquando da sua saída da tubagem representa uma desvantagem na obtenção de leituras fidedignas para valores na ordem dos nanolitros.

Esta experiência teve como principal objetivo tentar minorar o problema da evaporação do líquido, de modo a ser possível estabilizar o valor da massa lida na balança. Para tal, fazendo uso de uma bomba doseadora, seringa, tubo e bolhas de plástico, pretendeu-se criar um sistema o mais hermético possível, de modo a que a massa de água expelida da seringa permanecesse contida dentro de uma bolha de plástico colocada no prato da balança. Embora a água se evapore dentro da bolha, toda a sua massa deverá ficar contida, mesmo que no estado gasoso, criando uma atmosfera saturada de vapor de água e retardando a sua evaporação,

Pela equação da conservação da massa $\sum \dot{m}_{in} = \sum \dot{m}_{out}$ toda a massa expelida da seringa deverá ser a mesma que se encontra contida na bolha (não contabilizando perdas por adsorção do sistema) e como tal deve ser mensurável; portanto fazendo o rastreamento do êmbolo da seringa pode-se fazer uma estimativa do caudal debitado e medindo a massa que chega à bolha poder-se-á ter uma noção do caudal real.

O caudal de fluido foi gerado através de uma bomba doseadora de líquidos *Nexus 3000* a qual se encontrava ligada à seringa de vidro através de uma tubagem de plástico.

Infelizmente a inserção da seringa na bolha facilmente a danifica e a tubagem induz demasiada força no prato da balança influenciando qualquer leitura. Como medida de melhoria desta experiência, sugere-se a utilização de bolhas de plástico maiores, mais resistentes, e que se encontre uma forma de suportar a tubagem para retirar os esforços da balança.

2.2.2 Fotografia de gotas em queda livre

O resultado associado ao método da fotografia de gotas em queda livre seria o cálculo do volume da gota. A ideia do uso de uma câmara para fotografar uma gota em queda livre e determinar o seu volume provém da montagem experimental relatada no artigo [9], em que fazem o uso desta técnica para determinar a posição da gota relativamente ao sensor e o seu efeito no resultado de medição. Para o efeito, seriam usadas duas câmaras de alta precisão, cada uma com uma lente amplificadora incorporada e um estroboscópio LED, para fotografar uma gota de água durante o percurso aéreo. O estroboscópio é necessário uma vez que as gotas movem-se demasiado rápido para que se consiga uma imagem individual usando uma câmara convencional. O gerador de gotas previsto para o devido efeito seria um *PipeJetDispenser*.

A modelação 3D da gota poderia facilitar o cálculo do volume da mesma. Sendo bem conhecidas as propriedades da água e tendo as suas dimensões modeladas, o volume e por sua vez a massa poderiam ser calculadas.

O objetivo final desta abordagem seria desenvolver uma maneira de, através da imagem capturada pela câmara, calcular o volume da gota de forma automática; no entanto por falta de equipamento disponível não foi possível realizar esta ideia.

2.2.3 Variação do campo magnético e cálculo do caudal

O princípio associado a esta experiência é o da indução magnética, muito à semelhança do método capacitivo relatado em [9]. Fazendo passar uma corrente elétrica num pequeno aro de cobre é possível induzir um campo magnético neste. Pretende-se relacionar a variação do campo magnético com a passagem de uma pequena gota de água pelo aro e medir as alterações da diferença de potencial registada no aparelho, ter uma noção do caudal escoado. Esta ideia não foi posta em prática por falta de equipamento disponível.

2.2.4 Interferometria

A ideia de utilizar a interferometria para fazer o cálculo do caudal debitado por um gerador de caudal vem na sequência do método do *FTP* em que o cálculo do caudal escoado é feito através do conhecimento do diâmetro interno da seringa e da filmagem do avanço do êmbolo ao longo de um período de tempo conhecido.

A interferometria pode ser brevemente resumida como uma tecnologia usada para calcular distâncias com uma resolução que chega aos 10 nm e aproveita-se o fato de existir equipamento no IPQ que permita fazer o rastreamento do êmbolo com uma precisão muito superior ao que seria possível atingir com uma câmara de filmar.

Desta forma, utilizar-se-á o gerador de caudal juntamente com o sistema interferométrico da HP para rastrear o avanço do *pusher block*; conhecendo-se o diâmetro interno da seringa utilizada (100 μ L com diâmetro interno de 1,45 mm) é possível fazer uma estimativa do caudal debitado.

O princípio de funcionamento do gerador de caudal é simples. Pode ser descrito da seguinte maneira: a bomba doseadora de líquido (Nexus 3000) é movida via um motor passo-a-passo que faz mover o parafuso e o *pusher block* (Figura 2.9). A ação resulta na ejeção do fluido de dentro da seringa.

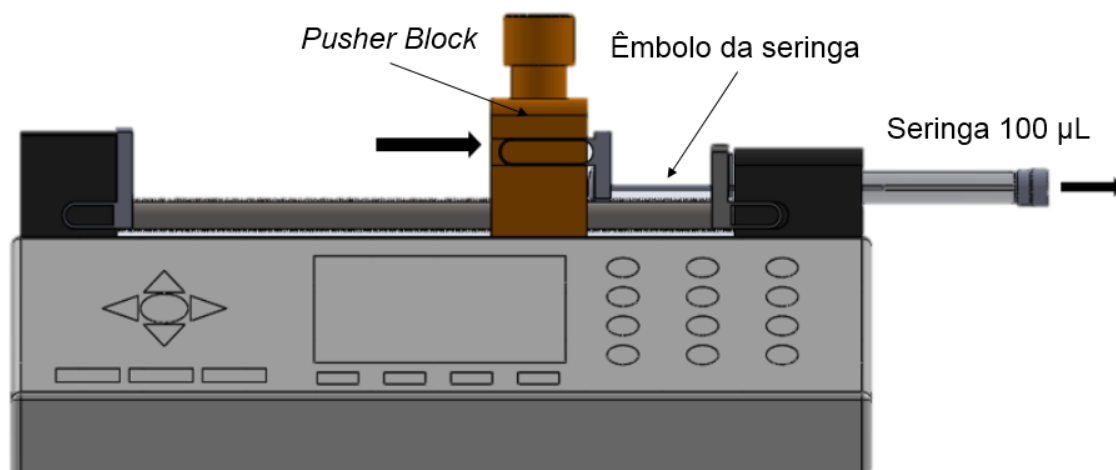


Figura 2.9 – Modelação 3D em SolidWorks® do gerador de caudal (bomba doseadora de líquido – Nexus 3000 – equipada com uma seringa de 100 μ L). *Pusher block* realçado a cor laranja. Avanço do *pusher block* para a direita move o êmbolo da seringa fazendo ejectar fluido a um passo determinado pelo passo do parafuso.

3 Introdução ao Cálculo de Incertezas

Numa era de mercado global, é imperativo que o método para a expressão e avaliação da incerteza seja uniforme no mundo inteiro para que a exatidão das medições feitas em países diferentes, segundo uma norma ou referência, possam ser facilmente comparadas [14].

Quando se reporta o resultado de uma medição de uma quantidade física, é obrigatório que seja dada uma indicação quantitativa da qualidade do resultado para que quem o use possa avaliar a sua fiabilidade. Todas as medições possuem imperfeições e, o nosso conhecimento da sua verdadeira grandeza é sempre uma aproximação [14].

A incerteza no valor de medição reflete a falta de conhecimento do valor da mensuranda. No seu sentido mais abrangente a palavra incerteza significa dúvida e, como tal, “incerteza de medição” resulta numa dúvida do valor de medição [14].

Um dos documentos a utilizar para se proceder à avaliação das incertezas é o GUM - “*Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement*” cujo objetivo é estabelecer as regras gerais para a avaliação e a expressão de incertezas nas medições [14].

A incerteza de medição é uma expressão do facto de, para uma dada mensuranda e um dado resultado de medição, não existir apenas um valor, mas sim um número infinito de valores dispersos em torno do valor médio que são consistentes com as observações e dados recolhidos [14].

A incerteza de medição geralmente engloba vários componentes que podem ser agrupados em duas categorias de acordo com a maneira como os seus valores numéricos poderão ser estimados:

- A. Aqueles cuja estimativa pode ser realizada através de métodos estatísticos;
- B. Aqueles que são avaliados por outros meios.

Pode-se associar a incerteza como sendo um intervalo em torno do valor médio obtido em que é possível que esteja o valor “verdadeiro”.

Na prática, poderá haver diversas fontes de incerteza numa medição, incluindo:

- Definição incompleta da mensuranda;
- Realização imperfeita da definição da mensuranda;
- Amostragem não representativa – a amostra medida pode não representar a mensuranda definida;
- Conhecimento inadequado do efeito das condições ambientais na medição ou medição imperfeita das condições ambientais;
- Erros de leituras dos instrumentos analógicos;
- Resolução finita do instrumento;

Operador:

- Valores inexatos do padrão de medição e dos materiais de referência;
- Valores inexatos de constantes e outros parâmetros de fontes externas e usados no algoritmo matemático;

- Aproximações e hipóteses assumidas incorporadas no procedimento e método de medição;
- Variações em observações repetidas da mensuranda sob condições aparentemente idênticas.

3.1 Terminologia

Incerteza (de medição) – parâmetro não negativo, associado com o resultado de uma medição, que caracteriza a dispersão dos valores que poderão ser razoavelmente atribuídos à mensuranda, com base nas informações utilizadas [1].

Avaliação Tipo A (da incerteza) – avaliação duma componente da incerteza de medição por uma análise estatística dos valores medidos, obtidos sob condições definidas de medição.

Avaliação Tipo B (da incerteza) – método de avaliação da incerteza por meios diferentes de análise estatística de séries de observações [14].

Incerteza padrão – incerteza do resultado de uma medição expressa na forma dum desvio-padrão [14].

Incerteza padrão combinada – Incerteza-padrão obtida ao se utilizarem incertezas-padrão individuais associadas às grandezas de entrada num modelo de medição [1][15].

Incerteza expandida – Produto duma incerteza-padrão combinada por um fator maior do que o número um.

3.2 Avaliação das incertezas padrão

3.2.1 Modelar a medição

Uma avaliação de Tipo A da incerteza de medição é realizada mediante tratamento estatístico, proveniente de séries de medições e podem ser caracterizadas por desvios-padrão [1].

Habitualmente a mensuranda Y não é medida directamente, mas sim determinada a partir de N outras quantidades X_1, X_2, \dots, X_N através de uma função f :

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N) \quad (\text{Eq.3.1})$$

As variáveis de entrada (X_1, X_2, \dots, X_N) podem também elas ser vistas como mensurandas e podem também depender de outras quantidades, incluindo correções e fatores de correção para efeitos sistemáticos, conduzindo a funções f complicadas.

3.2.2 Avaliação Tipo A da incerteza-padrão

Uma avaliação da incerteza-padrão de tipo A resulta de que, na maioria dos casos, a melhor estimativa para um valor é a média aritmética \bar{q} resultante de n observações independentes, q_k , obtidas sob as mesmas condições de medição [14]. Portanto, para uma dada variável de entrada X_i estimada através de n observações independentes $X_{i,k}$, a média aritmética (\bar{X}_i):

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n q_k \quad (\text{Eq.3.2})$$

As observações individuais q_k diferem em valor devido a variações aleatórias nas quantidades de influência ou a efeitos aleatórios. A variância experimental das observações, que estima a variância da distribuição de probabilidade σ^2 , caracterizando a variabilidade dos valores observados q_k , ou melhor dizendo a sua dispersão em relação ao valor da média da grandeza de entrada é dada por:

$$s^2(q_k) = \frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (q_j - \bar{q})^2 \quad (\text{Eq.3.3})$$

Esta estimativa da variância e a sua raiz quadrada positiva $s(q_k)$, denominada de **desvio-padrão experimental** caracterizam a variabilidade dos valores observados, mais precisamente, a sua dispersão em relação ao seu valor médio.

O desvio-padrão (s) é um parâmetro estatístico que constitui a forma mais utilizada de quantificação da dispersão de uma população estatística (infinita) e fornece a informação de o quanto um elemento individual dessa população se pode afastar do valor da média [16].

Como tal, a **incerteza-padrão** $u(x_i) = s(\bar{q})$ em que:

$$s^2(\bar{q}) = \frac{s^2(q_k)}{n} \quad (\text{Eq.3.4})$$

3.2.3 Avaliação Tipo B da incerteza padrão

Uma avaliação de Tipo B da incerteza de medição é feita por meios diferentes daquele adotado para uma avaliação de Tipo A da incerteza de medição (tratamento estatístico), ou seja, pode ser feita com base em outra informação prévia [16]. Fontes de informação podem incluir, mas não são exclusivas a [14]:

- Informação de medições prévias;
- Experiência ou conhecimento geral do comportamento e das propriedades dos materiais e/ou instrumentos;
- Especificações do fabricante;
- Dados fornecidos em Certificados de calibração;
- Incerteza atribuída a dados de referência provenientes de manuais

Deverá ser reconhecido que uma avaliação de Tipo B da incerteza-padrão poderá ser tão confiável como uma avaliação de Tipo A, especialmente quando a avaliação de Tipo A é baseada num número relativamente pequeno de observações independentes [14].

3.2.4 Distribuição de Probabilidades

A estimativa da grandeza de entrada e a sua incerteza-padrão $u(x_i)$ são obtidas com base numa distribuição de possíveis valores da grandeza de entrada X_i . Esta distribuição de probabilidade poderá ser baseada na frequência de ocorrência, ou seja, baseada numa série de observações $X_{i,k}$ de X_i , ou poderá ser uma distribuição conhecida à *priori*. A avaliação da incerteza-padrão do tipo A é baseada na frequência dos valores de uma série de observações enquanto uma avaliação do tipo B é apoiada na informação conhecida à *priori* dos valores da grandeza. As distribuições de probabilidade são modelos que representam o estado de conhecimento das grandezas de entrada X_i [14].

Em populações estatísticas numerosas, a distribuição de probabilidade pode tomar formas tipificadas, de que são exemplos mais frequentes a normal, retangular e a triangular [16].

3.2.5 Distribuição Normal

Também designada como distribuição Laplace-Gauss, a distribuição de probabilidade de uma variável continua X , é dada pela função densidade de probabilidade descrita pela (Eq.3.5) [14].

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp \left[-\frac{1}{2} \left(\frac{x - \mu}{\sigma} \right)^2 \right] \quad (\text{Eq.3.5})$$

Onde μ é a expectativa e σ o desvio-padrão.

Se a estimativa x_i é obtida através da especificação de fabricante, certificado de calibração, referência literária ou qualquer outra fonte e é citado que a incerteza é um múltiplo de um desvio padrão, a incerteza-padrão $u(x_i)$ é simplesmente o valor citado dividido pelo fator de expansão.

$$u(x_i) = \frac{a}{k} \quad (\text{Eq.3.6})$$

Sendo que a é o valor da incerteza e k o fator de expansão.

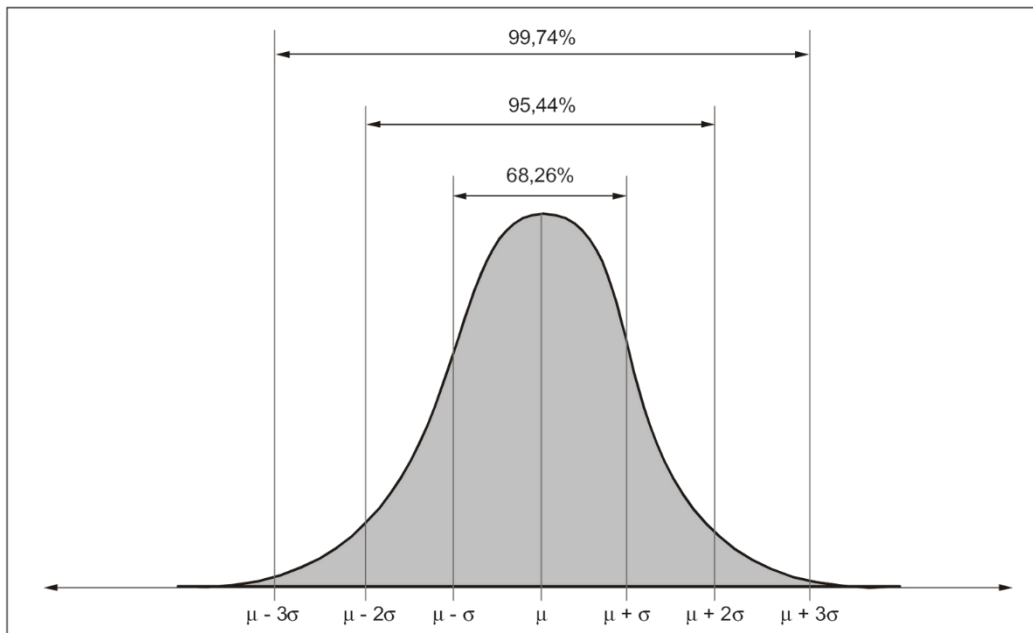


Figura 3.1 – Ilustração gráfica da avaliação da incerteza-padrão de uma quantidade de entrada de observações repetidas. Imagem retirada de [17].

3.2.6 Distribuição Retangular

Este tipo de distribuição é tipicamente aplicada quando não se tem informação suficiente sobre a grandeza de entrada X_i , e supõe-se que esta grandeza se encontra num intervalo entre a_- até a_+ descrito por uma função de densidade de probabilidade:

$$f(x) = \begin{cases} \frac{1}{2a} & , \quad a_- \leq x \leq a_+ \\ 0 & , \quad \text{caso contrário} \end{cases} \quad (\text{Eq.3.7})$$

No caso da distribuição retangular a incerteza-padrão $u(x_i)$ é dada por:

$$u(x_i) = \frac{a_+ - a_-}{\sqrt{12}} \quad (\text{Eq.3.8})$$

Se a diferença entre os limites, $a_+ - a_-$, é denotada por $2a$, então a equação torna-se:

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (\text{Eq.3.9})$$

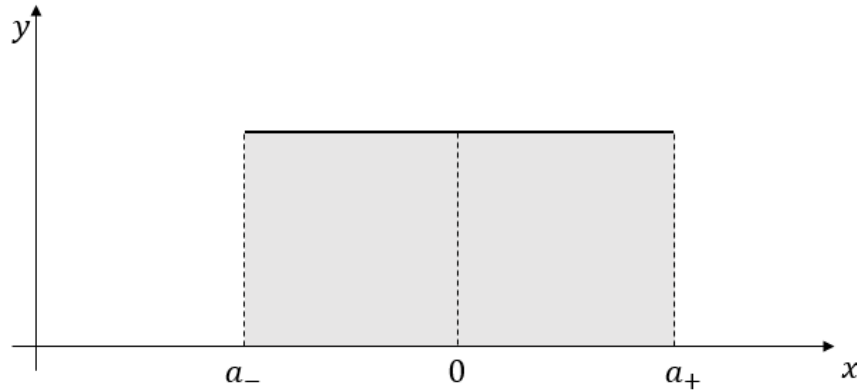


Figura 3.2 – Distribuição retangular.

3.2.7 Distribuição Triangular

Na distribuição retangular, onde não há conhecimento acerca dos possíveis valores da grandeza de entrada X_i dentro dos limites estimados a_- até a_+ assume-se que existe igual probabilidade de que X_i se encontre dentro do limite imposto, com uma probabilidade nula de se encontrar fora desse limite. Tal função é por vezes irrealista. Em muitos casos, é mais realista supor que os valores mais próximos dos limites são menos prováveis que os valores que se encontrem perto do ponto central. É portanto razoável substituir a distribuição retangular por uma distribuição trapezoidal simétrica com uma base de comprimento $2a$ e um topo de comprimento $2a\beta$, onde $0 \leq \beta \leq 1$. À medida que $\beta \rightarrow 1$ esta distribuição trapezoidal aproxima-se de um quadrado, enquanto para $\beta = 0$ torna-se uma distribuição triangular [14].

A função densidade de probabilidade é dada por:

$$f(x) = \begin{cases} \frac{(x - a_-)}{a^2}, & a_- \leq x \leq \frac{(a_+ + a_-)}{2} \\ \frac{(a_+ - x)}{a^2}, & \frac{(a_+ + a_-)}{2} \leq x \leq a_+ \\ 0, & \text{caso contrário} \end{cases} \quad (\text{Eq.3.10})$$

A incerteza padrão para uma distribuição triangular vem:

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{6}} \quad (\text{Eq.3.11})$$

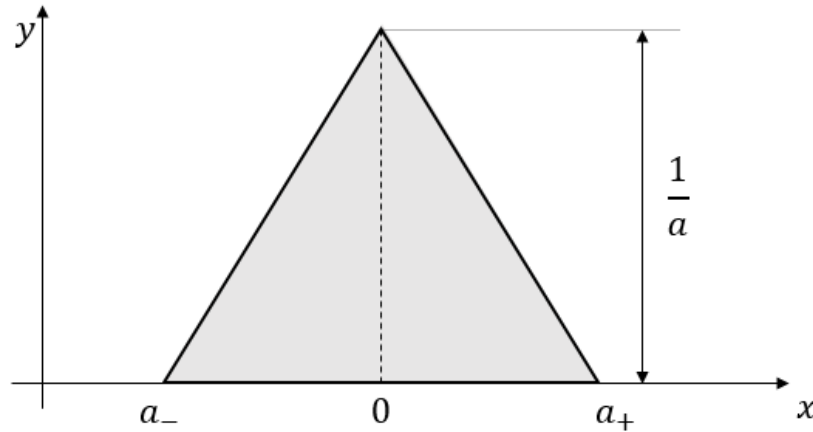


Figura 3.3 – Distribuição triangular

3.3 Determinação da incerteza-padrão combinada

3.3.1 Variáveis de entrada não correlacionadas

A incerteza-padrão combinada $u_c(y)$ é a raiz quadrada positiva da variância combinada $u_c^2(y)$ que é dada pela (Eq.3.12) [14]:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) \quad (\text{Eq.3.12})$$

Para quantidades de entrada não correlacionadas.

As derivadas parciais $\partial f / \partial x_i$ são geralmente denominadas como coeficientes de sensibilidade, c_i , e, descrevem como a estimativa de y varia com alterações no valor das variáveis de entrada x_1, x_2, \dots, x_N .

$$c_i \equiv \frac{\partial f}{\partial x_i} \quad (\text{Eq.3.13})$$

3.3.2 Variáveis de entrada correlacionadas

Quando as quantidades de entradas são correlacionadas, a expressão apropriada para a variância combinada $u_c^2(y)$ associada ao resultado da medição é:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j) \quad (\text{Eq.3.14})$$

Onde x_i e x_j são as estimativas de X_i e X_j e $u(x_i, x_j) = u(x_j, x_i)$ é a covariância estimada associada com x_i e x_j

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i) + \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N c_i c_j u(x_i) u(x_j) r(x_i, x_j) \quad (\text{Eq.3.15})$$

Sendo que $r(x_i, x_j)$ é o coeficiente de covariância dado pela equação:

$$r(x_i, x_j) = \frac{u(x_i, x_j)}{u(x_i)u(x_j)} \quad (\text{Eq.3.16})$$

A covariância associada às estimativas de duas grandezas de entrada x_i e x_j pode ser considerada nula ou insignificante quando as grandezas de entrada X_i e X_j forem independentes, ou quando estas forem consideradas constantes ou quando a informação é insuficiente para avaliar a covariância entre as grandezas [14].

3.4 Incerteza de medição Expandida

Embora a incerteza combinada $u_c(y)$ possa ser universalmente usada para expressar a incerteza de um resultado de medição, em algumas aplicações regulatórias, industriais ou comerciais e quando a saúde e a segurança são fatores a ter em conta, é geralmente necessário dar à medida de incerteza um número de valores que possam ser razoavelmente atribuídos à mensuranda que define o intervalo ao qual o resultado de medição possa ser esperado que englobe [14].

Esta medição adicional da incerteza é denominada de **incerteza expandida** e denotada como U . A incerteza expandida é obtida multiplicando a incerteza padrão combinada por um fator de expansão k :

$$U = ku_c(y) \quad (\text{Eq.3.17})$$

O resultado da medição é então convenientemente expresso como $Y = y \pm U$.

O fator de expansão k é a estimativa correspondente a uma probabilidade expandida tendo em conta a fiabilidade da incerteza-padrão $u(y)$ da estimativa da grandeza de saída y . Regra geral, k abrange valores compreendidos entre 2 e 3.

Tendo calculado a incerteza-padrão da mensuranda através da composição de todas as contribuições e assumindo que a incerteza-padrão segue uma distribuição normal, o número de graus de liberdade efetivos v_{ef} da incerteza-padrão pode ser estimado recorrendo à fórmula de *Welch-Satterthwaite* [15]:

$$v_{ef} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i}} \quad (\text{Eq.3.18})$$

u_c – incerteza-padrão combinada

u_i – incerteza-padrão de cada componente

v_i – graus de liberdade

Calcula-se os graus de liberdade com $v_i = n - 1$ em que n corresponde ao número de observações independentes, isto para uma avaliação do tipo A. Já para uma avaliação do tipo B é mais complicado associar o número de graus de liberdade com a incerteza-padrão $u(x_i)$, sendo por norma mais prático fazer uma avaliação para garantir que não foi feita nenhuma subestimação. No caso de uma distribuição retangular o número de graus de liberdade da incerteza-padrão obtida por uma avaliação do tipo B pode ser tomada como $v_i \rightarrow \infty$

Através da tabela de valores baseada na distribuição *t-student* obtém-se a relação do fator de expansão k , com os graus de liberdade. Se v_{ef} calculado não for inteiro, o que geralmente acontece, deve-se truncar v_{ef} para o inteiro imediatamente inferior.

Tabela 3.1 – Relação graus de liberdade e fator de expansão para 95,45 %. Adaptado de [14]

v_{ef}	1	2	3	4	5	10	20	50	∞
k	13,97	4,53	3,31	2,87	2,65	2,28	2,13	2,05	2,000

4 Método experimental exploratório

A calibração de sistemas de microfluidos é tipicamente feita através do método gravimétrico, usando uma balança para medir a massa em função do tempo ou por comparação direta com uma bomba de alta precisão, onde este último método é adequado apenas para calibração de sensores de caudal e não para fluidos geradores de caudal [3].

Caudais volúmicos podem também ser mensurados pelo rastreamento do deslocamento de um menisco através de uma capilaridade em função do tempo.

Recorrendo ao *FTP*, usa-se uma câmara de filmar/fotografar de alta precisão para seguir o êmbolo da seringa.

Alguns inconvenientes desta técnica foram identificados após realização do trabalho, nomeadamente: o tempo limitado de monitorização do menisco, uma vez que a posição da câmara, será estática; os erros associados ao passo do parafuso da bomba doseadora não foram considerados e o caudal de água medido quando este abandona a seringa também não foi contabilizado. Isto permitiu retirar informação acerca do deslocamento do bloco móvel do gerador de caudal e não do caudal real debitado.

Numa segunda fase, caso a primeira experiência tivesse sido bem-sucedida, pretendia-se introduzir a monitorização do caudal escoado, à saída da seringa.

4.1 *Front Tracking Principle (FTP)*

O *front tracking principle* é o método no qual a posição do menisco da seringa é monitorizada ao longo de um período de tempo estabelecido. A Figura 4.1 ilustra a vista de cima utilizada para posicionar a camera sobre o êmbolo da seringa de modo a rastreá-lo.

O caudal volúmico pode ser mensurado, uma vez que se conhece a área de secção transversal da seringa, as posições inicial e final do menisco e o período de tempo usado. Estes três fatores definem por completo o caudal volúmico:

$$Q = v \times A = \frac{dx}{dt} \times A \quad (\text{Eq.4.1})$$

Onde Q – caudal volúmico; v – velocidade de deslocamento do êmbolo; A – área de secção transversal da seringa.

4.1.1 Objetivo

Rastrear o deslocamento do êmbolo da seringa ao longo de um período de tempo conhecido de modo a determinar o caudal escoado. Comparar esse valor com o valor indicado pelo equipamento a ser calibrado e calcular o erro e as incertezas associadas ao equipamento.

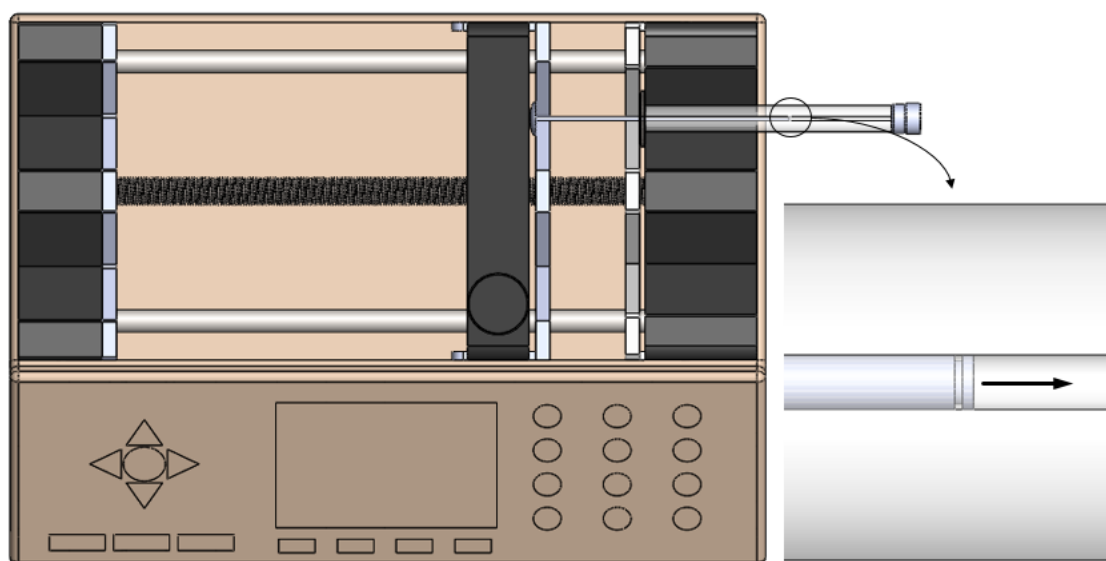


Figura 4.1 – Imagem representativa do *front tracking principle*. Representado a bomba doseadora (Nexus 3000) equipada de uma seringa. Imagem à direita representa a ampliação do êmbolo da seringa com uma seta indicativa do avanço.

A primeira montagem experimental contou com um bomba doseadora - *Nexus 3000*, uma seringa de 100 μL , uma câmara de filmar, um computador para aquisição de dados e gravação do ficheiro de vídeo, suportes para ajustar a altura da câmara e garras (Figura 4.2).



Figura 4.2 - Montagem experimental do *FTP*; câmara posicionada em linha com o êmbolo da seringa.

Observa-se na Figura 4.2 a primeira montagem experimental realizada, tendo sido usada uma câmara disponível no IPQ para capturar o deslocamento do êmbolo da seringa.

As medições efetuadas foram levadas a cabo com água destilada e desgaseificada. As condições ambientais (temperatura, pressão e humidade) foram controladas e deverão ser executadas dentro dos parâmetros especificados na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Intervalos de valores das condições ambientais necessárias à realização dos ensaios.

Humidade Relativa	50% e 80%
Temperatura ambiente	17 °C e 23 °C
Pressão atmosférica	920 hPa e 1080 hPa

A imagem capturada pela câmara (Figura 4.3) é diretamente enviada para o computador que grava o ficheiro na forma de um filme. A partir do ficheiro obtido, obtêm-se as imagens do momento inicial e final do ensaio. Usando os instantes inicial e final, é possível calcular, através do deslocamento sofrido, o caudal. No entanto, a câmara utilizada não permitia a suficiente ampliação do êmbolo da seringa, o que motivou a montagem de um microscópio a montante da lente da câmara de filmar (Figura 4.4).

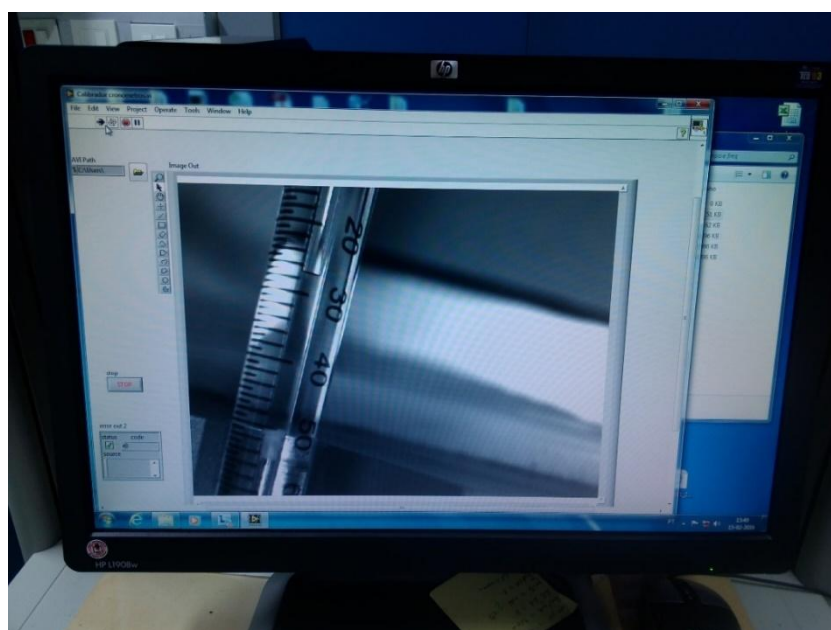


Figura 4.3 – Fotografia do *software* de captura de imagem da primeira montagem experimental aplicada ao *FTP*; êmbolo da seringa visível na parte inferior da seringa; interface água-ar visível na parte superior da seringa.

Com efeito, a adição de um catetómetro (pequeno microscópio com escala incorporada e ampliação 50x) no seguimento da câmara possibilita a aproximação da imagem do êmbolo, e acresce ainda a vantagem de incluir uma escala no próprio aparelho. Além do catetómetro foi adicionada também iluminação, para melhorar a qualidade da imagem capturada.



Figura 4.4 – Segunda montagem experimental; câmara e catetómetro colocados em linha com o êmbolo da seringa; adicionado sistema de iluminação.

Com esta montagem experimental (Figura 4.4) conseguiu-se obter uma imagem substancialmente mais próxima do êmbolo. No entanto, surgiu uma nova complicação, relativa à focagem da imagem, uma vez que o vidro da seringa mostrou ser demasiado espesso para que o conjunto utilizado (catetómetro e câmara de filmar) pudesse obter uma imagem clara do êmbolo (Figura 4.5).

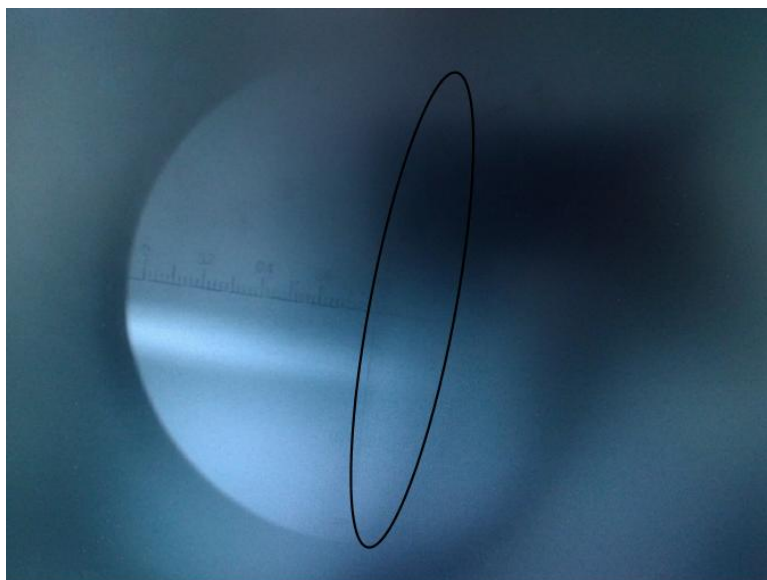


Figura 4.5 – êmbolo da seringa realçado com uma figura oval.

Na Figura 4.5 encontra-se marcado o menisco do êmbolo: uma sombra com uma tonalidade esbranquiçada praticamente impercetível e uma imagem desfocada sem a nitidez suficiente para rastrear o movimento do êmbolo.

Paralelamente, o uso do catetómetro seria útil visto já ter uma escala incorporada na própria lente, como se pode observar na Figura 4.5, evitando o problema de ter de se afastar a câmara.

Câmara

Este elemento é de extrema importância neste tipo de método, uma imagem nítida do êmbolo juntamente com uma escala adequada são fatores chave para a obtenção do valor do deslocamento com o menor erro possível.

Sistema de Suporte

O sistema de suporte utilizado nos ensaios realizados apresentava demasiada instabilidade e difícil manuseamento/posicionamento dos elementos (câmara e catetómetro).

Concluiu-se que com o material disponível não é possível realizar ensaios fidedignos através do método *front tracking principle* e o investimento em novo e mais sofisticado equipamento acarreta um custo demasiado elevado para os orçamentos disponíveis.

Caso se pretenda prosseguir com este método sugere-se o investimento numa câmara de alta precisão descrita em algumas referências bibliográficas e a utilização de uma seringa com vidro menos “espesso” o que facilitaria o foco da imagem.

5 Método Gravimétrico

O método gravimétrico é amplamente utilizado para a calibração em caudal de instrumentos doseadores de líquidos, incluindo seringas perfusoras e bombas peristálticas [18].

Entende-se por método gravimétrico a determinação do volume líquido, contido ou escoado pelo instrumento volumétrico. O método consiste em pesar o instrumento a ser calibrado quando vazio e depois novamente quando cheio. A diferença obtida na pesagem fornece a massa do líquido contido, tendo em conta a correção da impulsão do ar e a sua massa [19]. Caso se pretenda determinar o volume escoado é necessário um recipiente auxiliar de pesagem.

O líquido usado é geralmente água pura (destilada, bi-destilada ou deionizada) com uma condutividade mais baixa que 5 $\mu\text{S/cm}$. A conversão é então realizada de massa para volume à temperatura de referência de t_0 (normalmente 20 °C). A equação recomendada é descrita na norma ISO 4787 e dada pela (Eq.5.1) [15].

É considerado o método padrão usado tanto pelos LNM's como por laboratórios acreditados, para calibrar instrumentos volumétricos.

O método gravimétrico utilizado nesta dissertação vem dar continuação ao trabalho já desenvolvido [20] para averiguar qual o menor caudal que se pode medir com a montagem experimental disponível.

O caudal a partir do qual se pretende medir nesta experiência será de 2 $\mu\text{L/h}$, usando uma seringa de 100 μL .

$$V_0 = (I_L - I_E) \times \frac{1}{\rho_W - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \times [1 - \gamma(t - t_0)] \quad (\text{Eq.5.1})$$

Onde:

V_0 – Volume, à temperatura de referência t_0 , em mL;

I_L – Resultado da pesagem do recipiente cheio de líquido, em g;

I_E – Resultado da pesagem do recipiente vazio, em g;

ρ_W – Densidade do líquido, em g/mL, à temperatura de calibração t , em °C;

ρ_A – Densidade do ar, em g/mL;

ρ_B – Densidade das massas usadas durante a medição ou durante a calibração da balança, assume-se que são 8,0 g/mL;

γ – Coeficiente de expansão térmica do instrumento sob calibração, em $^{\circ}\text{C}^{-1}$;

t – Temperatura do líquido usado na calibração, em °C;

t_0 – Temperatura de referência, em °C;

5.1 Definições de carácter geral

Caudal volúmico - Volume de líquido que atravessa uma dada área por unidade de tempo.

Caudal mássico - Massa de líquido que atravessa uma dada área por unidade de tempo.

Gravimetria - Método primário que consiste na medição da quantidade de líquido recolhido numa balança num determinado intervalo de tempo.

Massa volúmica (ρ) - grandeza derivada definida como sendo o quociente da massa pelo volume, expressa nas unidades de quilograma por metro cubico (kg/m^3). Esta grandeza pode ainda ser expressa em múltiplos e submúltiplos tais como: g/cm^3 , g/mL e g/dm^3 [15][18].

5.2 Medição do Caudal

Os cálculos são efetuados na folha de cálculo “Medição de caudal de doseadores líquidos.xls” que se encontra em: Volume\Modelos 2015\Medição de caudal de doseadores de líquidos, de acordo com a seguinte (Eq.5.2) [18]:

$$Q = \frac{1}{t_f - t_i} \left[\left((I_L - I_E) - \delta m_{imp} \right) \times \frac{1}{\rho_W - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right) \times [1 - \gamma(T - 20)] \right] + \delta_{evap} \quad (\text{Eq.5.2})$$

Onde:

Q – Caudal volúmico, em mL/s;

t_f – Tempo final, em s;

t_i – Tempo inicial, em s;

I_L – Resultado da pesagem do recipiente cheio de líquido, em g;

I_E – Resultado da pesagem do recipiente vazio, em g;

δm_{imp} – Impulsão, em g;

δ_{evap} – Evaporação em mL/h

ρ_W – Massa volúmica da água, determinada pelo LPL, em g/mL;

ρ_A – Massa volúmica do ar, em g/mL;

ρ_B – Massa volúmica de referência das massas da balança, g/mL;

5.3 Montagem experimental

A montagem experimental representada na Figura 5.1 consiste num gerador de caudal; seringa de 100 μL , desgaseificador, válvula automática de 5 vias da Kloehe, tubagem, sensor de pressão, rolha, balança *Mettler Toledo* – XP 205, computador e *software* adequado à aquisição de dados.

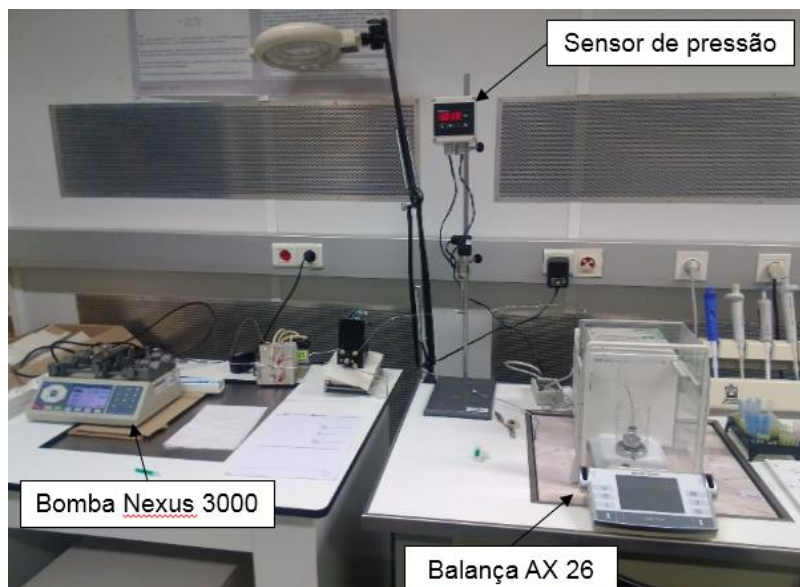


Figura 5.1 - Montagem experimental

5.4 Procedimento experimental

Apresenta-se o procedimento experimental utilizado nos ensaios realizados.

1. O sensor de pressão deve ser ligado 1 hora antes do início do ensaio;
2. Escolher a balança a utilizar e iniciar o *software* “Metrologia μ Caudal.vi”;
3. Selecionar a pasta de gravação dos ensaios em ficheiro TXT;
4. Ligar o desgaseificador em linha;
5. Verificar e registar as condições ambientais;
6. Escolher a seringa a utilizar (100 μ L para o este ensaio);
7. Medir a temperatura do líquido de alimentação da seringa;
8. Encher as seringas manualmente a cerca de 10 % do seu volume;
9. Colocar a seringa na *Nexus 3000* e escolher o diâmetro interno da seringa a utilizar;
10. Colocar a válvula na posição de Purga;
11. Selecionar o modo “*infusion*” e fazer a purga de forma a eliminar bolhas de ar contidas no interior da seringa e tubagem;
12. Colocar a válvula na posição de alimentação e a seringa *Nexus 3000* no modo “*withdraw*” de maneira a proceder ao enchimento total da seringa;
13. Clicar no botão “*START*” da seringa *Nexus 3000*, e “*STOP*” quando a seringa estiver cheia. O enchimento deve ser feito a um caudal que minimize a entrada de ar na seringa;
14. Colocar a válvula na posição de purga, clicar em F3 até saída de líquido no recipiente de purga;
15. Colocar a válvula na posição balança;
16. Escolher caudal a debitar, na experiência a realizar.

5.5 Parâmetros que afetam a incerteza na determinação gravimétrica do volume

a) Pesagem

A pesagem é o passo mais importante na calibração gravimétrica. Os resultados da pesagem são influenciados por diversos fatores tais como a resolução e sensibilidade da balança, a calibração da balança (excentricidade, linearidade e reprodutibilidade), a classe de exatidão e densidade dos pesos usados para calibrar uma balança.

b) Massa volúmica da água

A massa é convertida em volume através da determinação da massa volúmica do líquido de calibração.

A diferença entre os resultados das duas pesagens correspondentes ao momento inicial de aquisição de dados e ao momento final, fornece a massa de água contida no recipiente. Essa massa é posteriormente convertida em volume utilizando a (Eq.5.3)(Eq.5.3

$$m = I_L - I_E \quad (\text{Eq.5.3})$$

c) Temperatura da água

A temperatura da água influencia a determinação da massa volúmica da água; portanto deve ser cuidadosamente mensurada em cada medição.

d) Condições ambientais

e) Características dos instrumentos

As características dos instrumentos sob calibração, e.g. a escala ou o coeficiente de expansão térmica do material, também têm de ser considerados.

f) Operador

5.6 Resultados experimentais

Observa-se na Figura 5.2 que houve uma grande dispersão nos valores medidos. O objetivo do ensaio foi medir um caudal constante de 0,002 mL/h (2 µL/h, resultado no gráfico é lido em mL/h visto que o software está programado para fazer a leitura nessa gama de caudal) mas o valor médio medido foi de 0,0184 mL/h cerca de uma ordem de grandeza superior ao pretendido, devido a problemas como bolhas de ar presas no interior da tubagem e a taxa de evaporação ser elevada nesta gama de caudais.

Explica-se o comportamento dos pontos lidos no gráfico. O primeiro ponto encontrava-se perto do caudal desejado, ao que se verifica uma queda gradual na massa de água devido à presença de uma bolha de ar presa no interior da tubagem, tendo atingido um mínimo a cerca de 6 minutos e 43 segundos de ensaio, atingindo um valor de massa negativa (não se conhece a razão para esta leitura, visto que não existe valores de massa negativa), ao que se deve ignorar

este *outlier*. Após o quinto ponto (mínimo) observa-se uma súbita subida no caudal devido à libertação da bolha, causando uma maior impulsão sobre o prato da balança, atingindo um máximo a cerca de 9 minutos e 36 segundos do ensaio. O restante ensaio nunca chega a atingir estabilidade. Instabilidade esta que é justificável pela taxa de evaporação do líquido ser superior ao tempo de estabilização da balança.

Houve dificuldades sentidas no decorrer dos ensaios, podendo-se enunciar a existência de pequenos detritos provenientes da rolha de cortiça utilizada para conter o fluido evaporado na armadilha de evaporação, que permaneciam à saída da tubagem bloqueando a passagem do caudal; a existência de bolhas de ar que permaneciam agarradas à superfície interna da mesma, que quando soltas causam uma interferência na leitura da massa. Simultaneamente, a tubagem apresentava demasiadas deformações e sugere-se que o percurso seguido pela água tenha o mínimo de curvas possíveis, de modo a diminuir as perdas de carga.

Por fim, a necessidade de ir diminuindo gradualmente o caudal torna o processo extremamente moroso e dependente de monitorização constante.

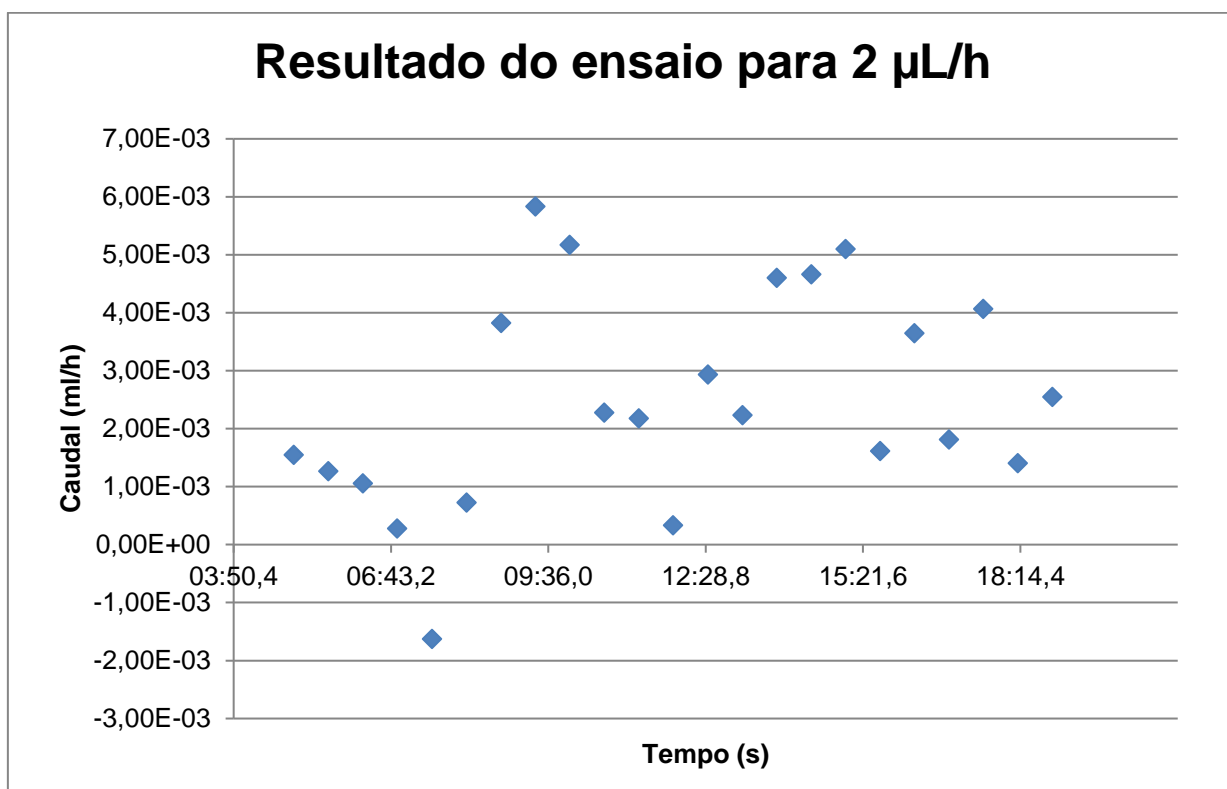


Figura 5.2 - Resultado medido para um caudal de 2 $\mu\text{L/h}$

A Tabela 5.1 resume os resultados obtidos do ensaio realizado. O valor nominal foi o caudal que se pretendia durante o ensaio e foi programado para 0,002 mL/h (2 μ L/h). O valor médio medido ao longo do ensaio foi de 0,0184 mL/h, ou seja, cerca de 10 vezes superior ao valor nominal imposto, apresentando ainda um desvio padrão da média de 0,0004 mL/h.

Tabela 5.1 – Determinação do volume

Seringa perfusora - nº de série:						
Valor nominal ml/h	Erro máximo Admissível ml/h	Valor medido ml/h	Desvio-padrão da média ml/h	Incerteza expandida ml/h	<i>k</i>	<i>V_{ef}</i>
0,0020	--	0,0184	0,0004	0,0008	2,06	24

6 Método geométrico

6.1 Interferometria

A interferometria laser faz o uso do conceito de interferência para medir a intensidade de uma onda resultante da sobreposição de duas ou mais ondas, que tenham percorrido diferentes distâncias, sendo elas sobrepostas num único ponto, a diferença da distância percorrida é então determinada com uma precisão de menos de meio comprimento de onda.

Em consequência da enorme precisão que se obtém realizando medições com esta técnica, a interferometria tem sido extensivamente utilizada na calibração. A informação derivada da medição das franjas é usada para determinação precisa do comprimento, medições de distâncias e espessuras muito pequenas. Dispositivos interferométricos têm sido incorporados em equipamentos de produção, como por exemplo maquinaria de corte de alta precisão e equipamentos de medição, tendo conduzido a uma maior capacidade de produção em componentes mecânicos que exigem uma precisão mais elevada para o seu funcionamento e medições de dimensões mais exatas.

6.1.1 Evolução da definição do metro

O protótipo internacional do Metro era um dos dois Protótipos internacionais na sede do BIPM em 1889. Em 1960 o metro tornou-se a primeira unidade SI a ser definida por um fenómeno quântico e em 1983 tornou-se a primeira unidade SI a ser definida por uma constante fundamental da física: a velocidade da luz [21].

A definição de metro em 1889, baseada no protótipo internacional de platina-irídio, foi substituído pela 11ª CGPM (1960) usando a definição do comprimento de onda da radiação de cripton 86. Posteriormente na 17ª CGPM (1983) a definição foi substituída pela corrente definição sendo [22]:

O metro é o comprimento do trajeto percorrido pela luz, no vazio, durante um intervalo de 1/299 792 458 do segundo.

A origem do metro remonta até ao século XVIII. Com efeito, em 1791 o metro foi definido como sendo “igual à décima milionésima parte de um arco dum meridiano terrestre” (Figura 6.1).

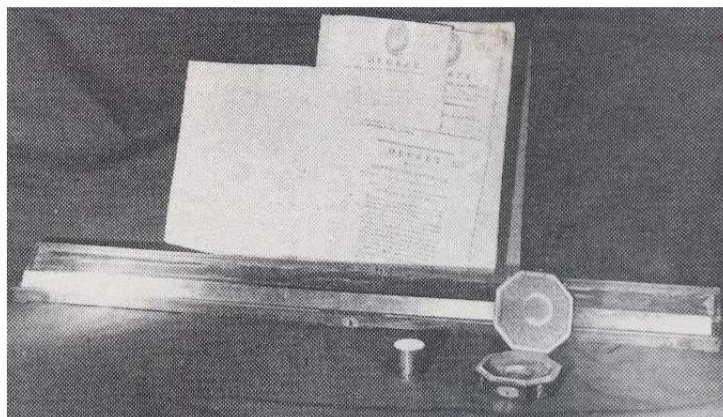


Figura 6.1 – Definição do metro de 1791, *mètre des Archives*. Imagem retirada de [23].

Em 1889 a unidade de comprimento (metro) passa a ser definida por: “distância, a 0°, dos eixos de dois traços médios marcados na barra de platina iridiada depositada no BIPM, e declarada Protótipo do metro” (Figura 6.2).

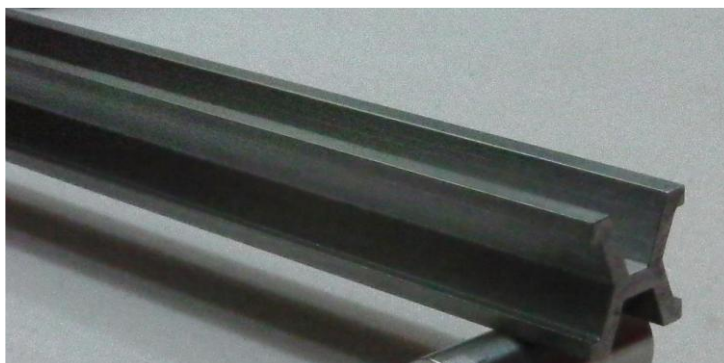


Figura 6.2 – Barra de platina iridiada. Imagem retirada de [23].

Em 1960, com a aparição do primeiro laser, a definição do metro tomou um rumo diferente e passou a ser igual a 1 650 763,73 comprimentos de onda no vácuo da radiação correspondente à transição entre os níveis $2p_{10}$ e $5d_5$, do átomo de cripton 86.” Esta definição foi adotada durante a 11ª Conferencia Geral de Pesos e Medidas (CGPM), de modo a reduzir as incertezas associadas.

Em 1975 definiu-se a velocidade da luz no vazio $c_0 = 299\,729\,458$ m/s como constante fundamental da física e em 1983 o metro passou a ser o comprimento percorrido pela luz, no vazio, durante um intervalo de tempo $1/299\,729\,458$ do segundo.



Figura 6.3 – Realização prática da definição atual do metro através de um Sintetizador de Frequências Ópticas (SFO) (à esquerda) através de um Laser de He-Ne estabilizado (à esquerda).

6.1.2 Rastreabilidade

No IPQ, a realização da definição do metro pode ser efetuada de dois modos [24]:

1. Através do comprimento de onda no vácuo λ , de uma onda eletromagnética plana de frequência f , este comprimento de onda é obtido a partir da medição de f utilizando a relação $\lambda = c_0/f$ e onde $c_0 = 299\,792\,458$ m/s é a velocidade da luz no vácuo.

O sistema padrão é um Sintetizador de Frequências Ópticas (SFO), apresentado na Figura 6.3, constituído por um laser de $Nb:YVO_4$; um modelador óptico-acústico, um laser femtossegundo KLM de Ti: Safira e uma fibra óptica baseada em cristais fotónicos e um conjunto óptico e eletrónico que permite determinar as duas frequências que caracterizam o SFO, a frequência de desvio de zero, f_0 e a frequência de repetição f_r .

2. Através de uma das radiações da lista publicada pelo *BIPM*, cujo valor do comprimento de onda ou da frequência pode ser utilizado com a incerteza explicitada e com as especificações e as boas práticas de laboratório a ser seguidas.

A realização prática baseia-se na relação $c_0 = \lambda \times f$, como a velocidade da luz, c_0 , é uma constante e f (frequência da radiação do laser) é bem determinada, λ (comprimento de onda) pode ser calculado. Neste caso, o sistema padrão consiste num laser He-Ne, estabilizado por absorção molecular nas transições hiperfinas do iodo. A sua rastreabilidade é obtida através da calibração com o SFO.

A utilização destes padrões, ou de outro sistema laser calibrado por comparação com estes, permite a medição de comprimentos, l , em função de um número b de comprimento de onda, $l = \lambda \times b$, por interferometria.

6.1.3 Conceitos necessários

a) Ondas eletromagnéticas

Exemplos de ondas eletromagnéticas são a luz visível, luz ultravioleta, ondas de rádio e de televisão, micro-ondas, os raios X e as ondas de radar. Estas ondas não precisam de um meio material para se propagarem e todas as ondas eletromagnéticas se propagam no vácuo com a mesma velocidade, $c_0 = 299\,792\,458$ m/s [25].

b) Comprimento de onda (λ)

É a distância entre repetições da forma de onda [25].

c) Princípio de sobreposição de ondas

Ondas sobrepostas somam-se algebricamente para produzir uma onda resultante [25].

d) Interferência

Fenómeno que representa a sobreposição de duas ou mais ondas num ponto ou posição de referência [26].

e) Ângulo de Fase

Quando duas ou mais ondas são sobrepostas, o campo de forças resultante é obtido por adição de vetores de campos de força individuais, isto é o chamado princípio da sobreposição. Para duas ondas harmónicas [26]:

$$E_1 = E_0 \cos(\omega t - kz) \quad (\text{Eq.6.1})$$

E

$$E_2 = E_0 \cos(\omega t - kz - \varphi_0) \quad (\text{Eq.6.2})$$

Onde E_0 é a amplitude, ω é a frequência angular das ondas, k é o numero de onda e φ_0 é um angulo constante chamado constante de fase da onda 2, diz-se que as ondas estão desfasadas de φ_0 . O princípio de sobreposição indica que:

$$E = E_1 + E_2 = 2E_0 \cos\left(\frac{\varphi_0}{2}\right) \cos\left(\omega t - kz - \frac{\varphi_0}{2}\right) \quad (\text{Eq.6.3})$$

Uma vez que a intensidade da onda resultante é proporcional ao quadrado da amplitude, pode-se encontrar a intensidade da onda resultante.

$$I = 4I_0 \cos^2\left(\frac{\varphi_0}{2}\right) \quad (\text{Eq.6.4})$$

Onde I_0 , é a intensidade da onda E_1 ou E_2 , respetivamente.

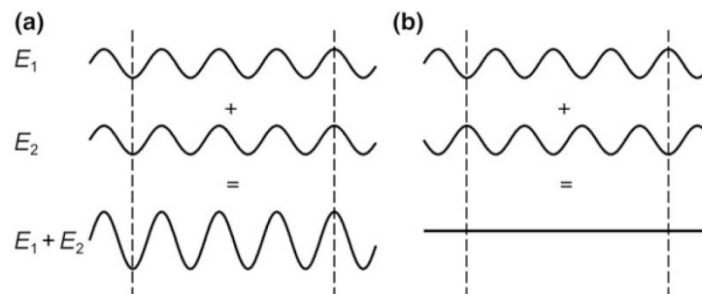


Figura 6.4 –Interferência construtiva (a) e destrutiva (b) de duas ondas harmónicas.

Imagem retirada de [26].

A Figura 6.4 ilustra dois casos limites:

- (a) $\varphi_0 = 0$, as duas ondas estão em fase. O campo de forças duplicou e a intensidade quadruplicou. Este caso é conhecido como **interferência construtiva**.
- (b) $\varphi_0 = \pi$, os dois campos de força oscilam em fases opostas, e o campo de forças resultante e a intensidade são zero. Este caso é conhecido como **interferência destrutiva**.

f) Franjas

A diferença de fase de duas ondas pode mudar se as ondas percorrerem distâncias diferentes.

Considere-se duas ondas que se encontram inicialmente em fase e percorrem dois caminhos diferentes, tal que a diferença entre as distâncias percorridas é ΔL antes de se encontrarem no mesmo ponto. Quando ΔL é zero ou um número inteiro de comprimento de onda, as ondas chegam ao ponto comum exatamente em fase, e a interferência nesse ponto é totalmente construtiva. Quando ΔL é um múltiplo ímpar de metade do comprimento de onda, as ondas chegam a um ponto comum com uma diferença de fase de exatamente meio comprimento de onda, e a interferência é totalmente destrutiva. Nesse caso vê-se uma franja escura (Figura 6.5).

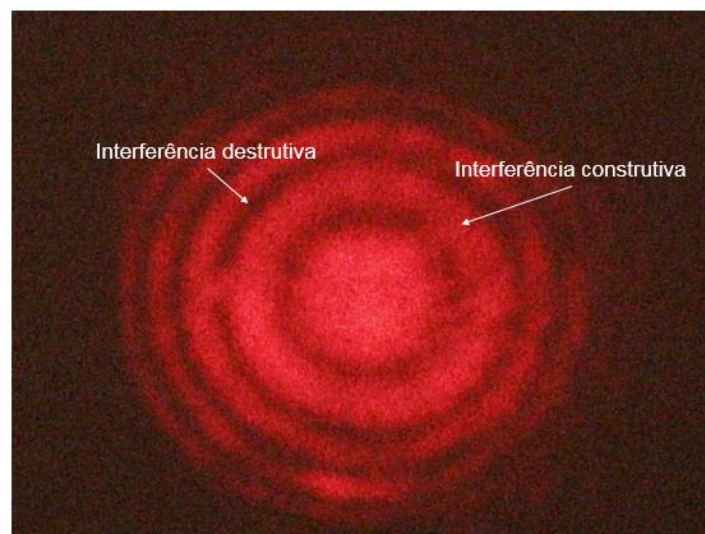


Figura 6.5 – Imagem exemplificativa de um padrão de franjas construtivas e destrutivas. Adaptado de [27]

6.1.4 Interferómetro de Michelson

O interferómetro de Michelson é a configuração ótica para interferometria e foi inventado por *Albert Abraham Michelson*.

Um interferómetro de Michelson consiste em dois espelhos E_1 e E_2 e um divisor de feixe cuja superfície é parcialmente refletora, portanto 50 % da luz é transmitida para E_2 e 50 % é refletida para o espelho E_1 (Figura 6.6 e Figura 6.7). Ambos os feixes, depois de terem percorrido distâncias diferentes são recombinados no divisor gerando um padrão de interferências composto por franjas. Se a distância de um dos trajetos for mantida fixa quando o outro espelho se afasta de $\lambda/2$, cada franja desloca-se de uma inter-franja e ocupa o lugar da franja adjacente. Contado o número de franjas numa dada posição de referência determina-se a distância percorrida pelo espelho móvel.

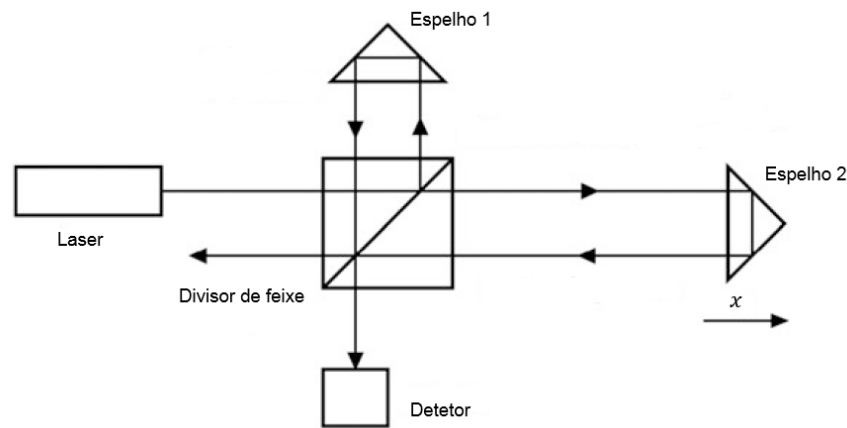


Figura 6.6 – Esquema de um interferómetro de Michelson

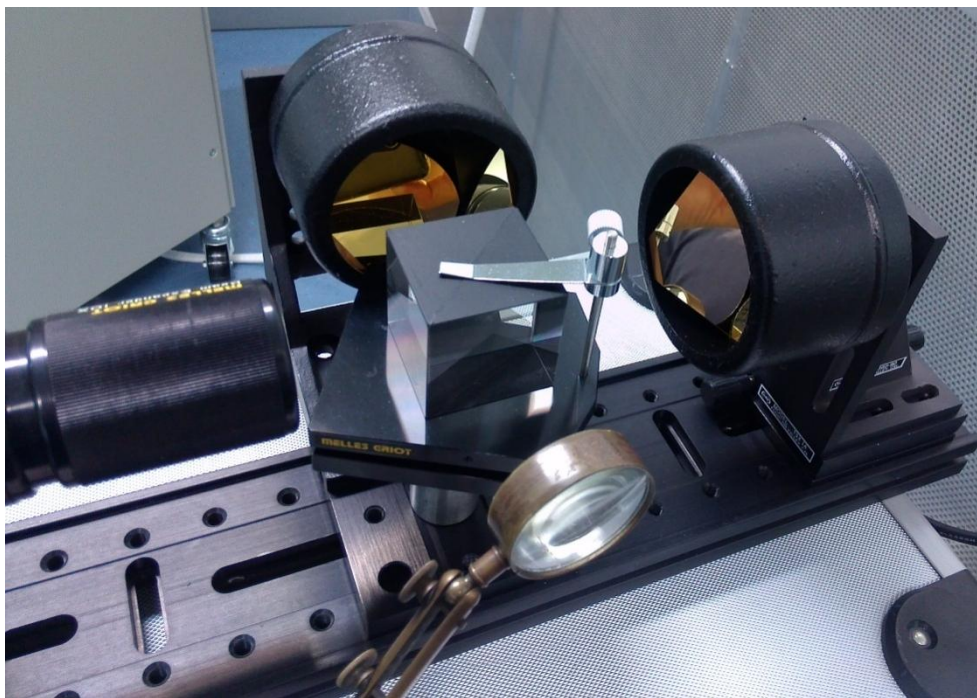


Figura 6.7 – Montagem experimental de um Interferómetro de Michelson; Emissor de Laser à esquerda; Divisor de feixes no centro; Dois espelhos retrorrefletores à direita e em cima.

Se os dois feixes estiverem desfasados exatamente em um múltiplo de número inteiro de um comprimento de onda entre os dois feixes, o padrão de interferência é o mesmo que antes da separação. Portanto, um interferómetro determina a distância em múltiplos do comprimento de onda do laser.

Portanto, a precisão de medição depende do conhecimento do comprimento de onda do laser e, como tal, apenas radiação laser com baixa largura de banda deverá ser usada para a interferometria.

Para uma medição de distância precisa é necessário o conhecimento do comprimento de onda do laser. O comprimento de onda λ depende do índice de refração η do meio de propagação.

$$\lambda = \frac{\lambda_0}{\eta} \quad (\text{Eq.6.5})$$

Onde λ_0 , é o comprimento de onda no vácuo. Geralmente, feixes de laser viajam através de ar atmosférico. O índice de refração η , do ar circundante depende da temperatura, pressão e humidade [26].

O comprimento de onda da luz produzida pelo laser é usado como referência para medições de distância. No entanto, o comprimento de qualquer luz, depende da velocidade da luz através do meio de propagação e, como já foi referido depende da temperatura, pressão e humidade. Portanto, a precisão do Sistema de Medição Laser depende do quão bem são conhecidas as condições ambientais.

6.1.5 Parâmetros que afetam a exatidão do Sistema Laser

A precisão do equipamento de medição depende da habilidade do sistema se ajustar às alterações ambientais e à habilidade do utilizador operar o sistema convenientemente.

Pode-se encontrar no manual de utilizador do sistema de medição laser as principais fontes de erro que afetam a exatidão das medições, sendo elas [28]:

a) Medição da temperatura, pressão e humidade do ar

O comprimento de onda da luz produzida pelo laser é usado como escala para medições de distância. O comprimento de onda (no ar) de qualquer luz depende da sua velocidade nesse meio. Isto, por sua vez, depende da temperatura, pressão e (em menor grau) humidade relativa. Tem-se por exemplo ar que seja menos denso (caso de pressão baixa e temperaturas altas) resulta numa maior velocidade da luz e um maior comprimento de onda.

A unidade de Exibição de Medição multiplica o número de comprimentos de onda que conta (através da cabeça do laser) por um fator que inclui a velocidade do ar compensada, corrigindo a diferença da velocidade da luz “atual” com a velocidade da luz no vácuo [28].

b) Desalinhamento entre o eixo do gerador de caudal e o eixo do Sistema de medição Laser (“Cosine Error”)

Se o caminho do Feixe Laser não “duplicar” o caminho percorrido pela máquina, não se estará a medir a distância percorrida, mas sim a distância desviada de um certo ângulo. O erro resultante é chamado “Cosine Error” (Figura 6.8) e depende da distância real e um ângulo coseno de desvio.

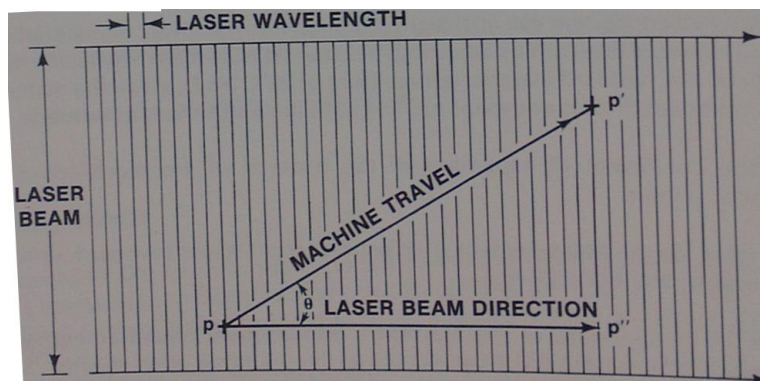


Figura 6.8 - Cosine error. Imagem retirada de [28]

c) Dead path Error (Erro de “Caminho morto”)

Este tipo de erro dá-se sempre que se faz *reset* na contagem da distância do sistema, existindo alguma distância entre as ópticas, o comprimento da distância “aberta” não será compensada, e isto resultará num erro. Para minimizar este erro, a única vez que se deve fazer *reset* no sistema laser é quando as óticas estão o mais próximo possível [28].

6.1.6 Cálculo da incerteza do interferómetro

A incerteza combinada do interferómetro é calculada através de:

$$u(d) = \sqrt{u_A^2 + (u_L L)^2} \quad (\text{Eq.6.6})$$

Em que u_L é a componente que contribui para a incerteza-padrão de valores dependentes do valor nominal L e, u_A é a contribuição para incerteza-padrão dos componentes independentes do valor nominal.

Com:

$$u_L = \sqrt{u_{ar}^2 + u_{\lambda}^2 + u_{cos}^2} \quad (\text{Eq.6.7})$$

Cada um destes termos vem discriminado no tratamento de incertezas:

a) Índice de refração do ar:

A contribuição da componente da incerteza-padrão associada ao índice de refração do ar é:

$$u_{ar} = \sqrt{u_{eq}^2 + u_{tar}^2 + u_{par}^2 + u_{har}^2} \quad (\text{Eq.6.8})$$

Onde cada uma das suas componentes vem seguidamente discriminada.

Equação de Edlen:

A incerteza-padrão associada à fórmula de Bengt-Edlen é de $10^{-8} L$, com L em mm. Considerando este valor como tendo um intervalo de confiança equivalente a 95 %.

$$u_{eq} = 1 \times 10^{-5} L (\mu m/mm) \quad (\text{Eq.6.9})$$

Temperatura do ar (°C)

A incerteza-padrão combinada atribuída à influência da temperatura do ar é:

$$u_{tar} = \delta t c_i L \quad (\text{Eq.6.10})$$

Onde,

δt – incerteza-padrão associada ao certificado de calibração do sensor de temperatura

$c_i = 9,50 \times 10^{-7} L/^{\circ}\text{C}$ – Coeficiente de Sensibilidade

Pressão do ar (Pa)

A incerteza-padrão combinada relativa à pressão é de:

$$u_{par} = \delta p c_i L \quad (\text{Eq.6.11})$$

Onde,

δp – incerteza-padrão associada ao certificado de calibração do barómetro

$c_i = 2,68 \times 10^{-7} L/\text{Pa}$ – Coeficiente de Sensibilidade.

Humidade ar (%)

A incerteza-padrão combinada no certificado de calibração do Higrómetro utilizado na calibração de interferómetros Laser em distância é de 0,25 %.

$$u_{har} = \delta h c_i L \quad (\text{Eq.6.12})$$

Onde,

δh – incerteza-padrão associada ao certificado de calibração do termohigrómetro

$c_i = 8,49 \times 10^{-9} L/\%$ – Coeficiente de Sensibilidade.

b) Comprimento de onda

O valor para a incerteza-padrão associada ao comprimento de onda está associada à incerteza-padrão associada à frequência e indicada no certificado de calibração do interferómetro Laser HP. Sendo

$$u_{\lambda} = c_i u_f L \mu m \quad (\text{Eq.6.13})$$

$$c_i = -\frac{c}{f^2} \quad (\text{Eq.6.14})$$

Onde c_i é o coeficiente de sensibilidade, u_f a incerteza-padrão associada à frequência e c a velocidade da luz ($2,99792458 \times 10^8$ m/s).

c) Erro de Coseno

O erro do coseno (em μm) é dado pela seguinte equação:

$$u_{\cos} = \frac{S^2}{8D^2} \times L \quad (\text{Eq.6.15})$$

D – distância percorrida pelo cubo móvel.
(apresentada em mm)

$S = 1,2$ mm (diferença entre os dois feixes que incidem sobre a cabeça do Laser) – apresentada em μm .

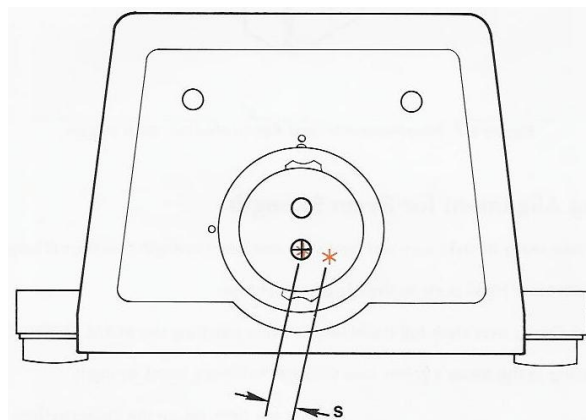


Figura 6.9 – Verificação do erro do coseno

Os pontos seguintes são as componentes independentes de L que contribuem para a incerteza-padrão:

d) Resolução HP

A unidade de controlo do sistema interferométrico HP é um equipamento de leitura digital com resolução de 10 nm, pelo que a incerteza-padrão associada tem o valor de:

$$u_{res_{HP}} = 2,9 \times 10^{-3} \mu\text{m} \quad (\text{Eq.6.16})$$

e) Repetibilidade

A incerteza associada à repetibilidade, $u_{A_{HP}}$, é correspondente ao valor máximo do desvio padrão obtido para cada indicação e para um número mínimo de medições igual a 5.

f) Erro Geométrico

O elemento móvel que suporta os cubos retrorrefletores do interferómetro pode, ao longo do percurso efetuado sofrer um desvio angular perpendicular ao eixo de deslocamento, retitude vertical. O desvio angular máximo θ é de $1,36 \times 10^{-5}$ radianos.

$$u_{geo} = h\theta = 2 \times 1,36 \times 10^{-5} = 0,028 \mu\text{m} \quad (\text{Eq.6.17})$$

$h = 2$ mm (distância entre os feixes de cada um dos sistemas interferométricos)

g) Reprodutibilidade

$$u_A = \sqrt{u_{res_{HP}}^2 + u_{A_{HP}}^2 + u_{geo}^2 + u_{TipoA}^2} \quad (\text{Eq.6.18})$$

6.2 Medição de microcaudal por Interferometria

A medição de caudais inferiores a $1 \mu\text{L/h}$ apresenta uma complexidade elevada devida a vários fatores de influência, nomeadamente a evaporação, a absorção e a existência provável de bolhas de ar.

O presente trabalho, desenvolvido em parceria pelos Laboratórios de Volume e Caudal e de Comprimento do IPQ com o Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial da FCT/UNL, tem como objetivo o desenvolvimento e a conceção de um novo padrão de medição de caudal de fluidos, para valores inferiores a $1 \mu\text{L/h}$, recorrendo a técnicas interferométricas associadas a um gerador de caudal (tipo seringa Nexus).

A montagem experimental utiliza um interferómetro laser, constituído pela unidade laser, dois cubos retrorrefletores e um divisor de feixes, um gerador de caudal, um cronómetro, o instrumento a calibrar e um computador para aquisição e tratamento de dados.

O interferómetro laser é colocado sobre um tripé com altura e ângulo ajustáveis, para alinhamento linear dos componentes óticos do interferómetro. Um dos cubos é colocado sobre o elemento móvel do sistema gerador de caudal enquanto o outro se encontra acoplado ao divisor de feixe. Desta forma garante-se que a indicação de distância medida pelo interferómetro é apenas devida ao movimento do cubo móvel. No eixo de movimento do gerador de caudal é colocada/instalada uma seringa da qual se conhece a sua área total. Admitindo a condição de corpo rígido, o avanço do êmbolo da seringa é ditado pelo avanço do *pusher block* (Figura 6.10).

Com o interferómetro foi possível monitorizar a distância percorrida pelo elemento móvel do gerador de caudal, que se encontra solidário com o êmbolo da seringa de vidro, durante um intervalo de tempo pré estabelecido. Com estes valores de medição foi determinada a velocidade de deslocação do êmbolo da seringa e como o diâmetro interno da seringa é conhecido, é possível calcular o caudal debitado.

Esta metodologia de medição tem a vantagem de ser praticamente independente da evaporação do líquido.

Portanto, neste trabalho é proposto uma montagem experimental que tem por base usar um sistema interferométrico para monitorizar o avanço do componente móvel do gerador de caudal ao longo de todo o comprimento disponível da seringa, permitindo medições com um limite inferior limitado pelo comprimento da seringa utilizada a um caudal nominal de $0,009 \mu\text{L/h}$.

Para a obtenção dos valores de medição nos ensaios efetuados foi necessário monitorizar as condições ambientais (temperatura, pressão e humidade) e a temperatura do líquido padrão.

Neste trabalho é ainda efetuada a análise do modelo matemático considerando o sistema experimental implementado, caracterizadas as fontes de incerteza associadas e estimado o respetivo balanço de incerteza global da medição.

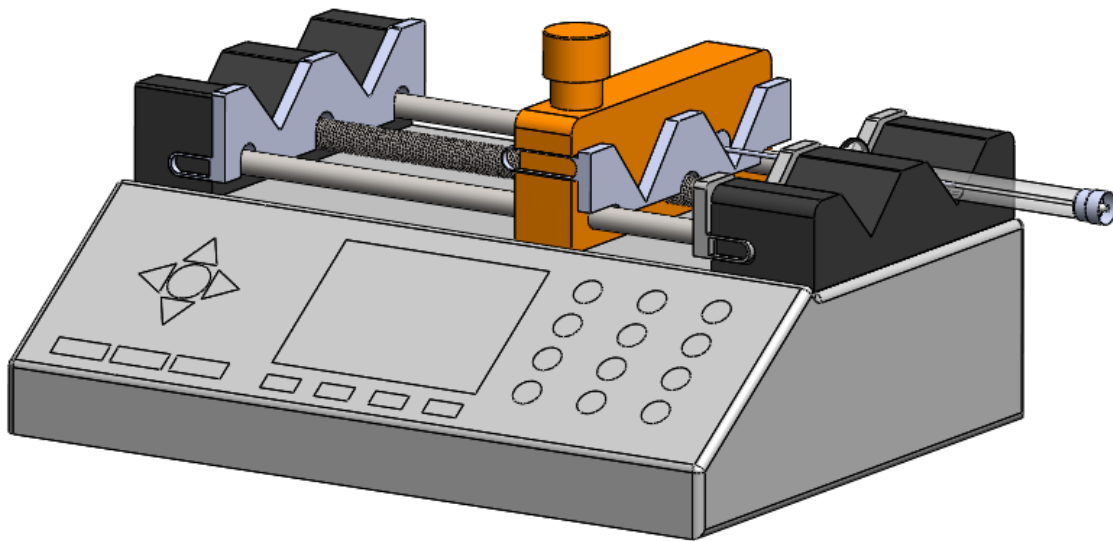


Figura 6.10 – Modelação 3D em SolidWorks® do gerador de caudal (Bomba doseadora - Nexus 3000; seringa de 100 μL). Elemento móvel representado a laranja (*pusher block*).

6.3 Objetivo

Medir o avanço do *pusher block* por forma a determinar o caudal teórico fornecido.

Note-se que a bomba doseadora (*Nexus 3000*) dita o avanço do êmbolo da seringa pelo deslocamento da parte móvel (designado por *pusher block*, indicado de cor laranja na Figura 6.10); como tal, o caudal debitado é definido por:

- Diâmetro interno da seringa;
- Distância percorrida pelo êmbolo;
- Tempo.

Usando a técnica interferométrica mede-se o avanço do *pusher block*, com precisão de até 10^{-6} m, para monitorizar o avanço do bloco da *Nexus 3000*.

6.4 Modelo Teórico

Caudal volumico (Q) vem dado por:

$$Q = v \times A \quad (\text{Eq.6.19})$$

Sendo v a velocidade do escoamento do fluido normal à secção transversal da seringa e A a área de secção transversal circular do diâmetro interno da seringa. A velocidade vem definida como a distância percorrida pelo êmbolo ao longo de um período de tempo.

$$v = \frac{dx}{dt} = \frac{x_2 - x_1}{\Delta t} \quad (\text{Eq.6.20})$$

Em que Δt será o tempo decorrido no ensaio.

A área da secção transversal da seringa vem:

$$A = \frac{\pi}{4} \times \phi_{interno}^2 \quad (\text{Eq.6.21})$$

Portanto, substituindo na (Eq.6.19) pode-se escrever o caudal:

$$Q = \left(\frac{x_2 - x_1}{\Delta t} \right) \times \left(\frac{\pi}{4} \times \phi_{interno}^2 \right) \quad (\text{Eq.6.22})$$

Cuja dimensão de Q vem expresso em mm³/s; por conveniência a unidade de Q será expressa em µL/h, bastando então multiplicar a (Eq.6.22) por 3600.

$$Q = \left(\frac{x_2 - x_1}{\Delta t} \right) \times \left(\frac{\pi}{4} \times \phi_{interno}^2 \right) \times 3600 \Rightarrow \dim Q = \mu L/h \quad (\text{Eq.6.23})$$

Para facilidade de apresentação de resultados calcula-se o erro absoluto:

$$Erro_{absoluto} = |valor_{medido} - valor_{referência}| \quad (\text{Eq.6.24})$$

E define-se erro relativo como:

$$Erro_{relativo}(\%) = \frac{|valor_{medido} - valor_{referência}|}{valor_{referência}} \times 100 \quad (\text{Eq.6.25})$$

6.5 Descrição da Experiência

Os ensaios realizados estão separados em duas montagens experimentais que diferem apenas no laboratório usado. A segunda montagem experimental conta, no entanto, com 4 situações diferentes, com vista a melhorar os resultados à medida que se identificava aspetos a melhorar:

- Montagem simples;
- Montagem com adição de massa;
- Montagem com adição de massa e tempo de estabilização;
- Montagem com *nexus adjuster*.

De forma a facilitar a compreensão do leitor na maneira como foram realizados os ensaios apresenta-se um resumo.

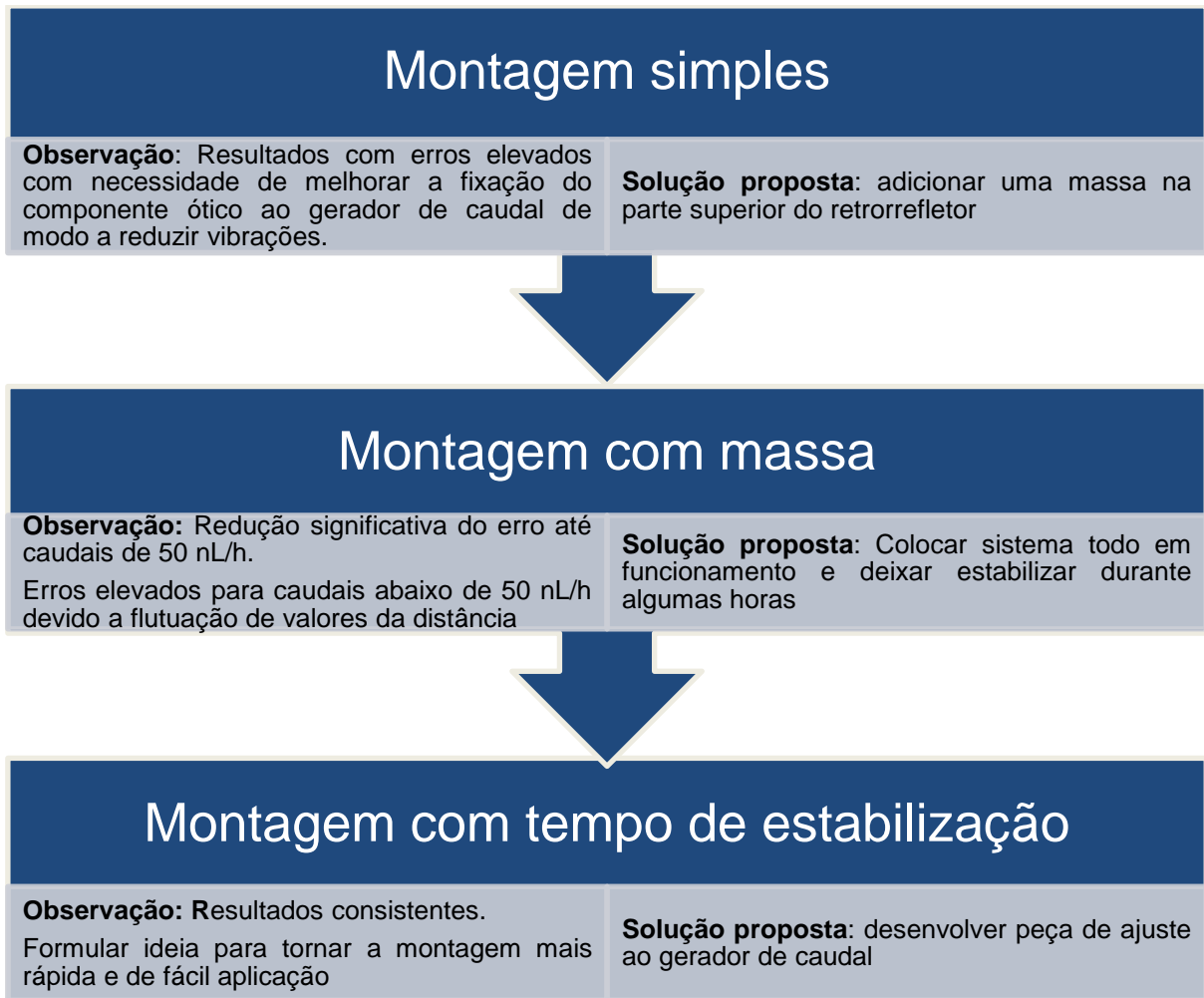


Figura 6.11 - passos sucessivos da segunda montagem experimental que levaram à configuração final do padrão.

6.5.1 Equipamento utilizado

O equipamento utilizado na primeira montagem experimental foi o seguinte:

Unidade laser; detetor; dois cubos retrorrefletores; um espelho semi-refletor (divisor de feixe); bomba doseadora (*Nexus 3000*); cronómetro; seringa 100 µL; computador para aquisição e tratamento de dados; *height adjuster*; colunas.

O equipamento utilizado para a segunda montagem experimental difere apenas na adição de: massa; *nexus adjuster*;



Figura 6.12 – cubo retrorrefletor simples

Todas as partes ópticas são montadas em cubos com uma aresta de 40 mm. Estes podem ser acoplados a blocos de montagem (*height adjuster*).

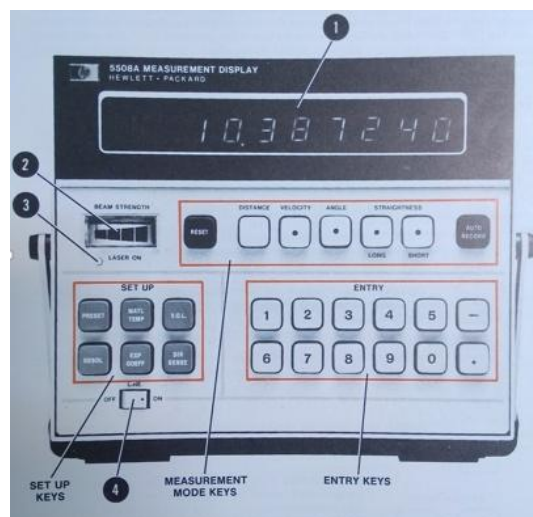


Figura 6.13 - Unidade de controlo do interferómetro; (1) *Display* da distância medida em mm; (2) Intensidade do sinal; (3) Indicador *ON/OFF*; (4) Botão *ON/OFF*

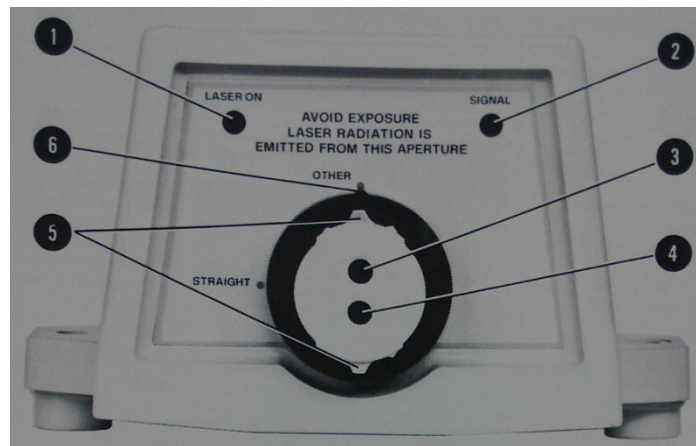


Figura 6.14 - Imagem adaptada. Cabeça do laser. (1) Indicador laser ligado; (2) Indicador do sinal; (3) Orifício de saída do laser; (4) orifício de retorno do laser; (5) controlo de abertura; (6) anel da torre.

6.5.2 Procedimento para ajuste do laser

Antes de se fazer este procedimento aconselha-se que seja consultado o *User's Guide Model 5528A*, da *Hewlett Packard* [28] cujos procedimentos se encontram descritos de forma mais completa.

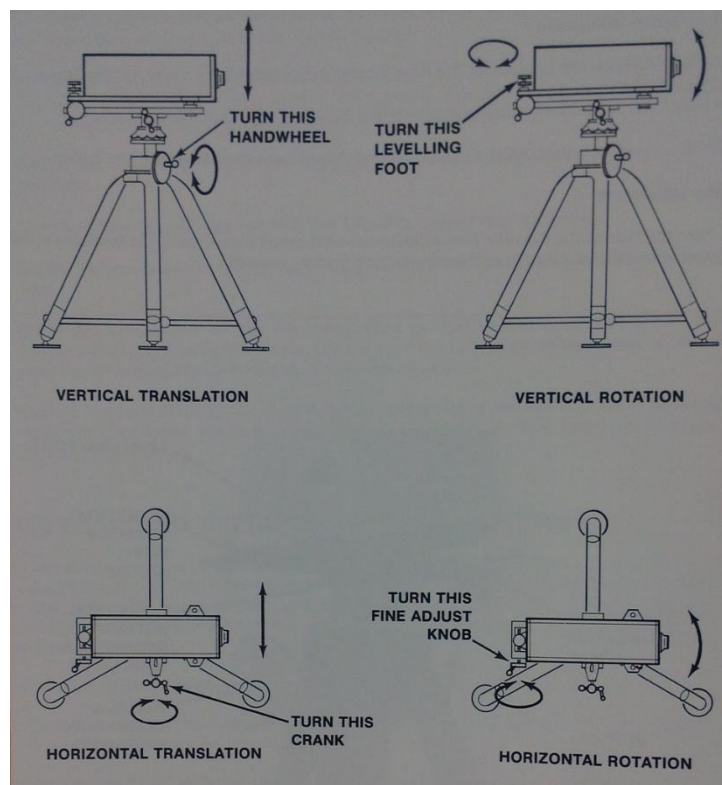


Figura 6.15 - Imagem adaptada de HP Laser Measurement User's Guide

- Instalar a cabeça do laser no tripé, rodar a manivela de movimento vertical de modo a colocar o laser aproximadamente à altura que se pretende trabalhar, posteriormente será ajustado de forma mais precisa;

- Ligar o laser;
- Rodar a manivela de controlo do orifício (elemento 5 da Figura 6.14) para restringir o feixe laser a um diâmetro menor;
- Rodar a manivela inferior do controlo do orifício para colocar o detetor em modo “mira”;
- Rodar manivela de deslocamento vertical de modo a que o percurso do laser esteja alinhado à mesma altura dos componentes óticos do sistema interferométrico;
- Proceda-se então ao alinhamento para reduzir o erro do Cosseno. Retirar gerador de caudal e unidades óticas da trajetória do laser;

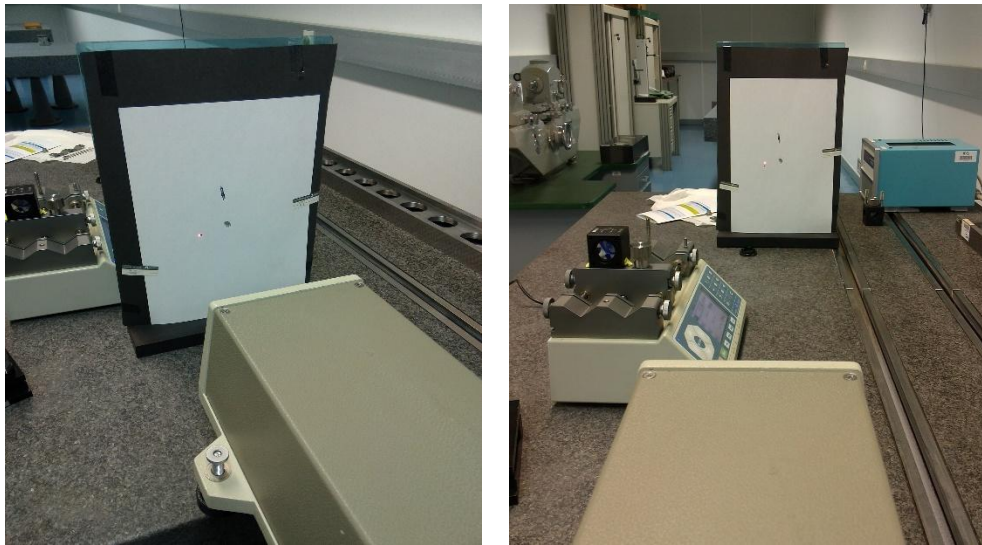


Figura 6.16 – Processo para minorar e majorar a trajetória do laser (overlapping dots); Certificação de que a trajetória do laser se encontra em conformidade segundo uma referência; Ranhura presente na mesa.

- Colocar uma folha de papel a uma distância próxima da unidade laser e marcar com uma caneta um ponto (tornando-o uma referência);
- Afastar a folha de papel, sempre tendo em conta a referência posicional (ranhura da mesa);
- Proceder aos ajustes do feixe para que este fique em cima do ponto marcado anteriormente;
- Voltar a aproximar a folha realizar ajustes necessários;

Este processo serve para minorar e majorar a trajetória do feixe de modo a garantir que as distâncias percorridas pelo cubo retrorrefletor se encontram na trajetória pretendida, reduzindo o erro do cosseno. Depois de ajustada a trajetória do laser voltou-se a colocar o gerador de caudal juntamente com as unidades óticas na trajetória do feixe laser.

6.5.3 Procedimento experimental (Montagem 1)

Os ensaios foram realizados nas seguintes condições:

- Sem seringa
- Sem computador (para monitorizar e compensar o índice de refração do ar);
- Condições PTN (Pressão, Temperatura e humidade ideais);
- Diâmetro interno da seringa de 1,45 mm (medido com paquímetro, retirando o embolo da seringa e medindo o diâmetro interno).

Dado que o índice de refração do ar (n) não estava a ser monitorizado e compensado, o valor da distância medido pelo interferómetro apresentava uma ligeira deriva na ordem dos 0,10 μm .

Não foi tido em conta a flutuação dos valores de distância nestes primeiros ensaios visto que a ordem de grandeza da variação era pequena comparada com as distâncias medidas.

1. Ajustar o sistema interferométrico como descrito na secção 6.5.2
2. Colocar a *Nexus 3000* numa superfície lisa, plana e horizontal
3. Acoplar ao cubo1 (divisor de feixes + espelho refletor) o *height adjuster* (Figura 6.17)

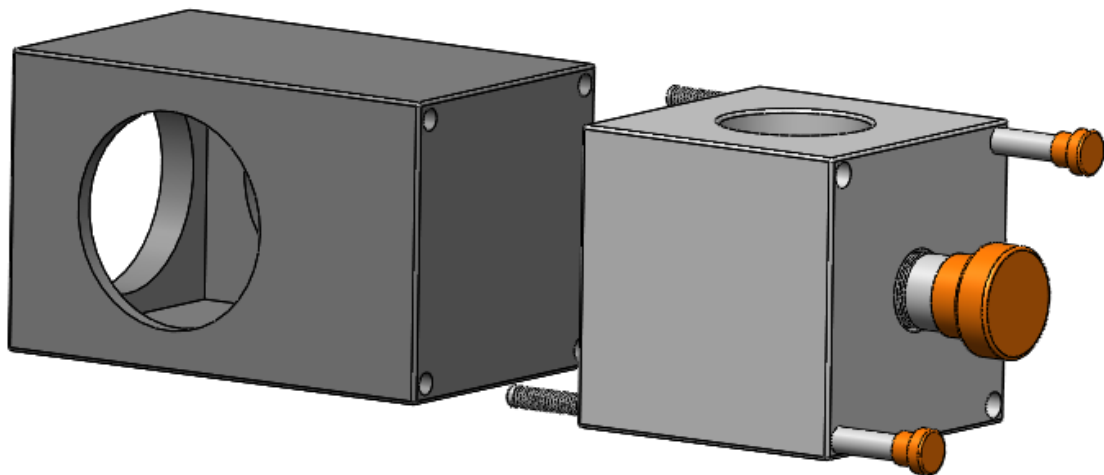


Figura 6.17 – Montagem do cubo retrorrefletor no sistema de suporte para ajuste de altura

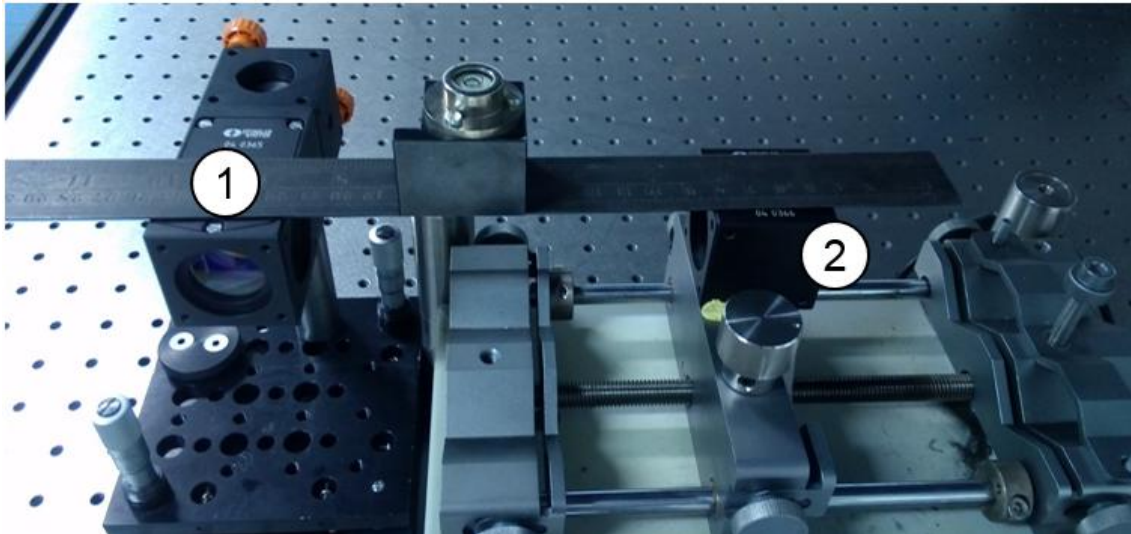


Figura 6.18 – Nivelamento dos cubos 1 e 2

4. Colocar os cubos na mesma linha de altura (Figura 6.18);
5. Garantir paralelismo entre os elementos da montagem (cubo1, cubo2, Nexus3000);
6. Colocar, uma folha de papel entre os cubos e proceder ao alinhamento do cubo1;
7. Retirar o papel e proceder ao alinhamento do cubo2 de modo a que os feixes fiquem sobrepostos e ambos na mira;
8. Fixar o cubo2 no *pusher block* alinhando a sua aresta com a aresta deste (foi usado *UHU patafix* para fixar o cubo ao *pusher block*);

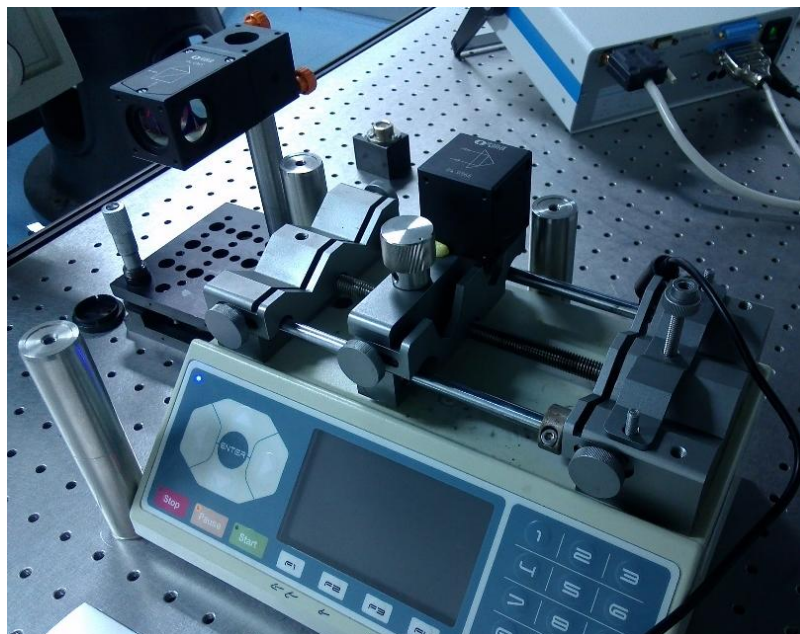


Figura 6.19 – Montagem experimental; ensaios interferométricos

9. Estabelecer parâmetros pretendidos no gerador de caudal (diâmetro interno da seringa, caudal);
10. Premir *DISTANCE* para configurar a Unidade de Controlo para o modo de distância;
11. Pressionar *RESET*;
12. Especificar display de resolução de 5 dígitos pressionando –



13. Registrar posição e tempo inicial;
14. Clicar no botão “*START*”;
15. Realizar ensaio;
16. Clicar no botão “*PAUSE*” registrar posição e tempo final;

Foram colocados três pinos para servirem de encosto no gerador de caudal e garantir o correto posicionamento do gerador de caudal (Figura 6.20).

Os pinos foram posicionados à maior distância possível dada a geometria da peça e os furos existentes na mesa para compensar irregularidades e para obter máxima estabilidade, evitando rotação ou desvios ao toque. O uso de pinos resulta num contacto linear.

Posicionar o gerador de caudal na mesa: encostar a face A do gerador nos dois pinos, encostar a face B no pino.

Seguindo estes passos garante-se o paralelismo entre a face A e a borda da mesa.

Alinhando a aresta do cubo 2 com a aresta do *pusher block* garante-se que o cubo está paralelo com o restante sistema.

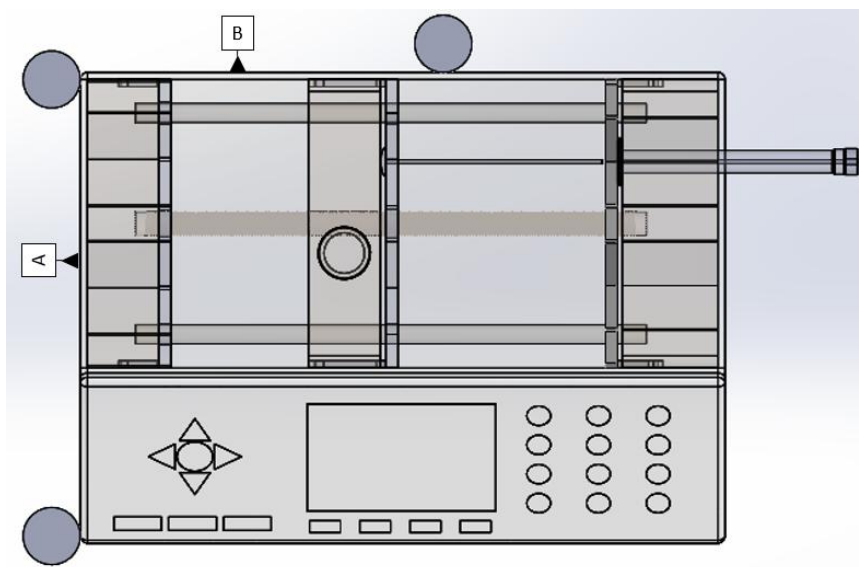


Figura 6.20 – Enconsto da Nexus aos pinos

6.5.4 Procedimento experimental (Montagem 2)

Depois de decorridos os primeiros ensaios, foi possível identificar alguns aspetos problemáticos e aplicar medidas corretivas tanto na montagem como no procedimento experimental, apresenta-se esses resultados na Tabela 6.1:

Tabela 6.1 – Problemas deparados com a primeira montagem experimental e medidas correctivas aplicadas para diminuição do erro experimental

Problema	Medida corretiva
O toque na montagem experimental / aproximação da bancada de trabalho causa demasiada interferência na leitura de resultados	Este é um fator que pode ser eliminado facilmente adicionando acesso remoto ao gerador de caudal (Figura 6.21), resultando na eliminação de interferências causadas pelo utilizador na zona de trabalho. Isto deve-se ao facto de se ter observado que o toque nos botões da <i>Nexus</i> têm influência no resultado embora possa parecer uma interferência insignificativa (na ordem dos 3 μ m) para caudais maiores, estes valores tornam-se críticos na medição de nanocaudal.
Reduzir Ruído, diminuir a deriva apresentada pelo interferómetro	Verificou-se que o valor da distância sofre uma deriva mesmo quando o sistema se encontra em repouso (ruído). Encontrar medida aplicativa para reduzir este efeito. A diminuição deste efeito pode ser alcançada fazendo uma média dos pontos 3 iniciais e finais (por exemplo).
Deixar estabilizar / controlo de tempo	Nos primeiros ensaios as distâncias foram contabilizadas desde o momento 0. Mas foi verificado que a distância sofria uma flutuação. Como medida de correção deste fenómeno deve-se deixar o sistema estabilizar e começar a contar o ensaio a partir desse ponto.
Aquisição de pontos	Deve-se adicionar um computador para monitorizar todo o decorrer do ensaio, para que se tenha a possibilidade de fazer o cálculo do caudal médio ao longo do ensaio decorrido. E também ter a possibilidade de realizar ensaios truncados de um ensaio mais longo.
Incorporar a seringa com água	A incorporação da seringa na montagem experimental irá introduzir uma pequena resistência ao avanço do êmbolo que poderá interferir no avanço do bloco e consequentemente na distância. Deve-se incorporar uma seringa com água para aproximar o máximo possível aos ensaios que posteriormente serão desenvolvidos.

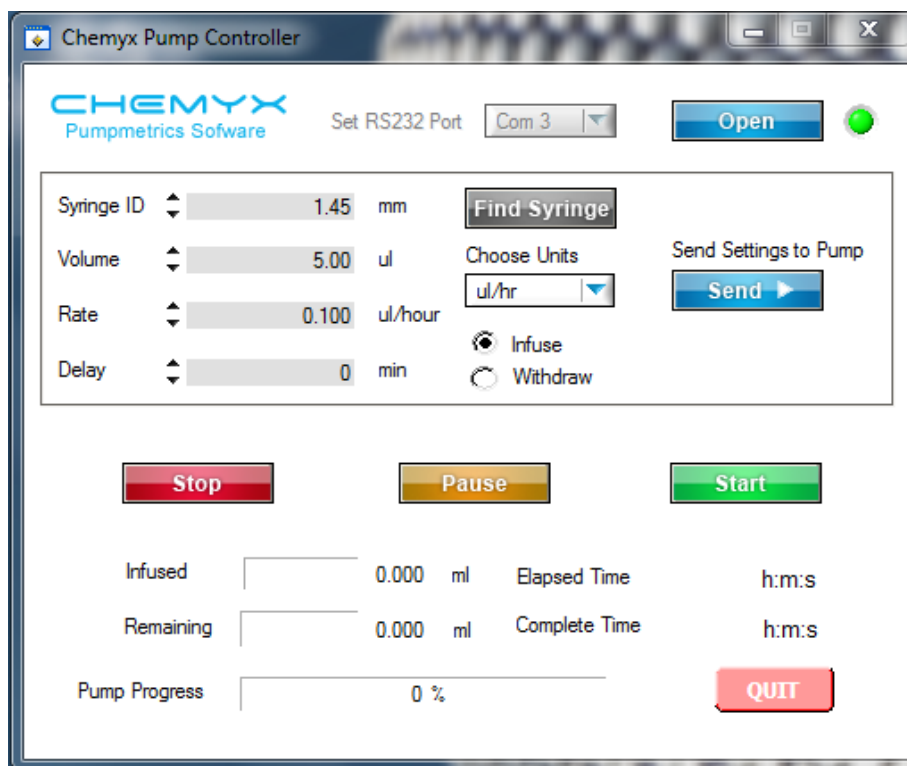


Figura 6.21 - Software de controlo da Nexus 3000.

Foi instalado o programa “CHEMYX Pumpmetrics Software” que permite fazer a ligação a partir do computador para o gerador de caudal através de um cabo RS232-USB, a interface de utilização é apresentada na Figura 6.21.

A utilização é intuitiva:

- Selecionar a porta de comunicação (pode variar de acordo com computador usado);
- Clicar *Open* para iniciar comunicação;
- Escolher unidades ($\mu\text{L/h}$);
- Estabelecer diâmetro interno da seringa (em mm);
- Estabelecer caudal ($\mu\text{L/h}$);
- Enviar parâmetros para o gerador de caudal.

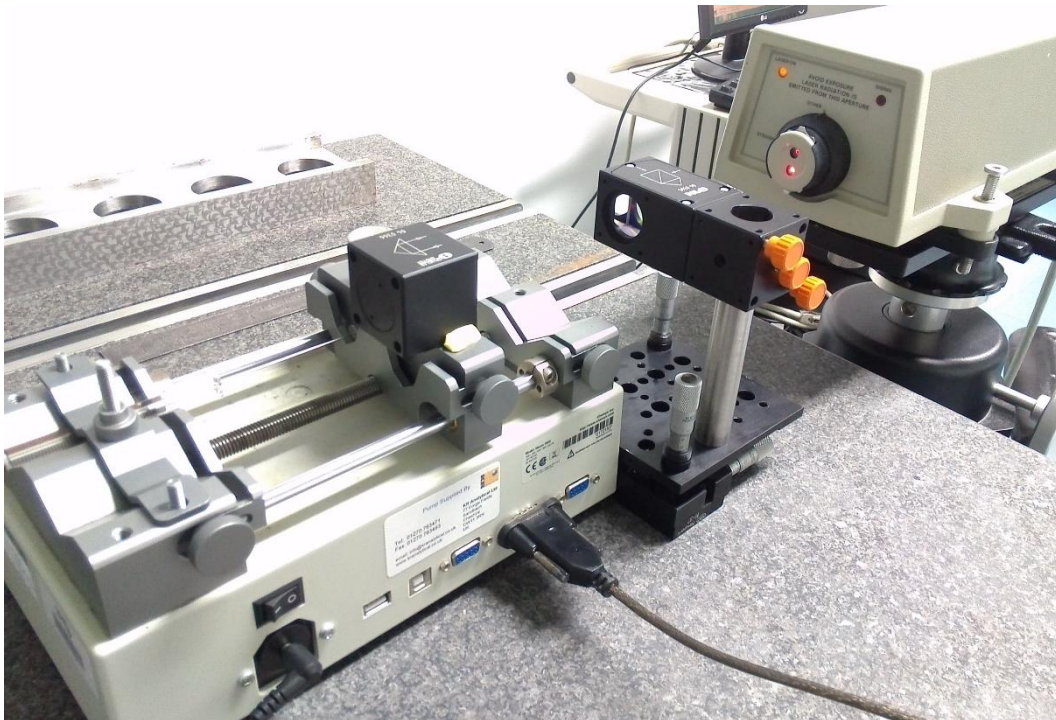


Figura 6.22 – Montagem experimental 2

Note-se que o local para proceder à montagem experimental foi mudado, desta vez a posição de referência a ser usada foi a ranhura na mesa visível na Figura 6.22.

1. Rodar a manivela superior para abrir o orifício do feixe;
2. Rodar manivela inferior para desbloquear o detetor;
3. Iniciar Software *chemyx*;
4. Estabelecer comunicação entre o computador e o gerador de caudal;
5. Estabelecer parâmetros pretendidos e clicar “send” para enviar para o gerador;
6. Iniciar Software de aquisição *InterferMMXIV*;
7. Iniciar comunicação entre *InterferMMXIV* e o computador;
8. Pressionar botão 0 da Unidade de Controlo;
9. Pressionar botão AutoRecord da Unidade de Controlo;
10. Estabelecer intervalo de tempo entre medições em segundos;
11. Estabelecer número de medições a efetuar;
12. Preencher campos “PET” e “Versão”;
13. Correr programa (Verificar que a temperatura adquirida está correta, caso contrário encerrar programa e retomar a partir do ponto 6);
14. Clicar em *Start* no programa *Chemyx Pump* de modo a iniciar o gerador de caudal;
15. Dar uma margem de tempo para o ensaio estabilizar (até se notar que a distância aumenta de forma suave);
16. Usar um cronómetro para dar início à contagem do tempo de ensaio e, simultaneamente, registar a distância inicial;

17. Da mesma forma usar o cronómetro para registar o tempo de fim de ensaio e simultaneamente registar a distância final;
18. Deixar o programa *InterferMMXIV* terminar a aquisição de dados para fornecer a folha Excel;
19. Carregar no *Stop* do programa *chemyx*;

Note-se que o “procedimento experimental com adição de tempo de estabilização” é igual ao descrito na secção 6.5.4 com a particularidade de se incluir, A priori do ensaio um tempo de estabilização (entre 2 h a 3 h).

Os ensaios foram realizados sob condições controladas com monitorização da temperatura e pressão. Cálculo automático do fator de compensação. Com seringa cheia de água para adicionar uma força de atrito semelhante a ensaios.

6.6 Incerteza de medição

6.6.1 Parâmetros que afetam a incerteza na determinação Interferométrica do caudal

Não confundir com a secção 6.1.5 em que os parâmetros referidos eram apenas referentes ao sistema de medição laser. Doravante teremos identificados os parâmetros que afetam a incerteza numa perspetiva global da montagem experimental para caudal.

Durante a medição interferométrica do volume, os principais parâmetros que poderão influenciar a qualidade dos resultados são descritos.

a) Utilização de fluidos com diferentes densidades

Este tipo de equipamentos funcionam, em grande parte com fluidos com viscosidades diferentes da do líquido de calibração que poderão afetar o cálculo do caudal debitado.

b) Coeficiente de expansão térmica

Consoante a temperatura do líquido inserido na seringa, o vidro poderá sofrer uma compressão/expansão alterando o valor do volume e por consequência o caudal.

c) Condições Ambientais

As condições ambientais alteram o comprimento de onda do laser.

d) Características do Instrumento

A incerteza do próprio interferómetro.

e) Operador

O operador pode influenciar a medição devido ao tempo de reação e ao manuseamento do sistema.

f) Diâmetro interno da seringa

A superfície interior da seringa contém uma rugosidade que deverá ser quantificada como uma incerteza associada ao processo de fabrico que tem de ser quantificada. O diâmetro interno da seringa foi medido com um paquímetro.

O perfil real e o perfil nominal do diâmetro interno da seringa podem apresentar desvios geométricos, ondulação e/ou rugosidade que altera o valor do caudal debitado.

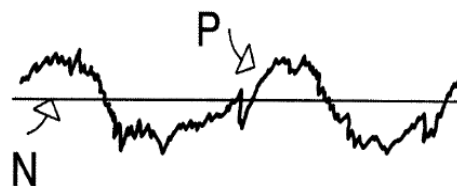


Figura 6.23 – Perfil real (P) e perfil nominal (N). Imagem retirada de [29]

“As superfícies maquinadas nunca são perfeitas em termos absolutos, apresentam sempre desvios relativamente à superfície ideal ou teórica” [29]. Como tal, a superfície interna da seringa terá de ser medida numa máquina CMM para que se tenha uma noção dos desvios/rugosidade presentes e calcular com maior precisão a área de secção transversal para inserir no cálculo do caudal (Q).

6.6.2 Cálculo das incertezas

A análise de incertezas começa pelo uso da (Eq.6.22), que se pode reescrever de modo a considerar (d) como a distância percorrida, (t) o tempo de duração do ensaio e (r) o raio do diâmetro interno da seringa:

$$Q = \frac{d\pi r^2}{t} \quad (\text{Eq.6.26})$$

Principais fontes de incerteza identificadas na determinação teórica do caudal volúmico foram:

- Condições ambientais;
- Aparelho utilizado (interferómetro);
- Diâmetro interno da seringa;
- Tempo.

Atualmente poderão não estar quantificadas todas as fontes de incerteza associadas ao padrão em desenvolvimento. A presença do utilizador na zona de medição introduz sempre uma ligeira flutuação aos valores lidos pelo interferómetro, embora não tenha sido possível obter um valor em específico para este tipo de incerteza.

Variância referente ao diâmetro interno da seringa:

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial r}\right)^2 u^2(r) = \left(\frac{2d}{t}\pi r\right)^2 u^2(r) \quad (\text{Eq.6.27})$$

Variância referente à distância (leitura do interferómetro)

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial d}\right)^2 u^2(d) = \left(\frac{\pi r^2}{t}\right)^2 u^2(d) \quad (\text{Eq.6.28})$$

Variância referente ao tempo:

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial t}\right)^2 u^2(t) = \left(-\frac{\pi r^2 d}{t^2}\right)^2 u^2(t) \quad (\text{Eq.6.29})$$

Deste modo, a variância-padrão (u^2) associada ao caudal volúmico é expressa pela equação:

$$u^2(Q) = \left(\frac{\partial Q}{\partial r}\right)^2 u^2(r) + \left(\frac{\partial Q}{\partial d}\right)^2 u^2(d) + \left(\frac{\partial Q}{\partial t}\right)^2 u^2(t) \quad (\text{Eq.6.30})$$

Substituindo as (Eq.6.27), (Eq.6.28) e (Eq.6.29) na (Eq.6.30) reescreve-se a expressão como:

$$u^2(Q) = \left(\frac{2d\pi r}{t}\right)^2 u^2(r) + \left(\frac{\pi r^2}{t}\right)^2 u^2(d) + \left(\frac{\pi r^2 d}{t^2}\right)^2 u^2(t) \quad (\text{Eq.6.31})$$

Onde:

$$u(r) = \frac{U_{\text{paquímetro}}}{2} \quad [\text{mm}]$$

$$u(d) = \sqrt{u_A^2 + (u_L^2 L^2)} \quad [\mu\text{m}]; \text{ com } L \text{ em mm}$$

Sendo que L foi majorado para ser o valor máximo medido ao longo dos ensaios (0,1 mm)

$$u(t) = \frac{\frac{\text{Resolução}_{\text{cron}}}{2}}{\sqrt{3}} \quad [\text{s}]$$

Incerteza expandida:

$$U(Q) = 2 \times u(Q) \quad (\text{Eq.6.32})$$

Tabela 6.2 – Legenda dos símbolos utilizados

Q	Caudal
v	Velocidade
A	Área
d	Distância medida
r	Raio do diâmetro interno da seringa
t	Tempo
$U_{\text{paquímetro}}$	Incerteza expandida do paquímetro; proveniente do certificado de calibração
$u(r)$	Incerteza-padrão referente ao diâmetro
$u(d)$	Incerteza-padrão combinada da distância medida
$u(t)$	Incerteza-padrão referente ao tempo
L	Valor máximo da distância medida ao longo dos ensaios
u_A	Contribuição para a incerteza-padrão dos componentes independentes de L
u_L	Contribuição para a incerteza-padrão dos componentes dependentes do valor nominal L
$u(Q)$	Incerteza-padrão do caudal
$U(Q)$	Incerteza expandida do caudal

6.7 Prototipagem *Nexus Adjuster*

Desde a primeira montagem experimental que a forma de assegurar o cubo retrorrefletor ao gerador de caudal foram dois pedaços de patafix UHU.

Para ensaios preliminares em que o objetivo seria verificar a possibilidade de obter valores próximos, embora não muito precisos, esta montagem demonstrou-se suficiente.

Numa segunda fase do desenvolvimento do padrão, a diminuição dos erros de medição assim como das incertezas tornou-se uma prioridade. Uma forma de proceder à obtenção de erros de medição menores terá começado por analisar a montagem experimental, identificar possíveis fontes de erro e proceder à sua eliminação/correção/minimização.

O modo de fixação da óptica retrorrefletora verificou-se insuficiente dado que a recuperação da componente elástica do material de fixação, alterava, ainda que em valores quase impercetíveis a olho nu, mas que eram notórios à escala nano, a posição do cubo, gerando um erro nas medições.

A solução passou por adicionar uma massa na parte superior do cubo de modo a reduzir vibrações e fixar o cubo na posição desejada.

Esta solução demonstrou-se eficaz, embora temporária. Para torná-la permanente decidiu-se realizar um pequeno protótipo utilizando a tecnologia de impressão 3D.

Foi decidido usar esta tecnologia, visto ter um tempo de fabrico rápido e fácil, ser um produto económico e permitir tirar conclusões acerca da sua inserção na montagem experimental sobre o efeito dos resultados de forma expedita, podendo ser descartado caso não se obtivessem bons resultados. Caso se verifique adequado para o projecto poder-se-á proceder a uma solução mais definitiva feita em aço.

6.7.1 Impressão 3D

A impressão 3D é o processo de usar um modelo digital 3D e torná-lo num objeto real. Inicia-se com a criação de um modelo digital num *software* de desenho assistido por computador (CAD). Para o processo de impressão utilizado, a impressora empurra plástico derretido (PLA ou ácido poliláctico) através de uma extrusora e, camada a camada, a peça toma forma.

É uma tecnologia especialmente útil na prototipagem de componentes, que se traduz num processo económico, rápido, e que produz resultados aceitáveis.

6.7.2 Especificações de projeto

A Figura 6.24 ilustra o protótipo que foi desenvolvido através da impressão 3D. A peça foi desenhada seguindo um princípio de facilidade de fabrico e modelada em SolidWorks. Foi pensado na combinação ótima de componentes já existentes, que podem ser integrados com a peça nova, e com custo de fabrico mínimos.

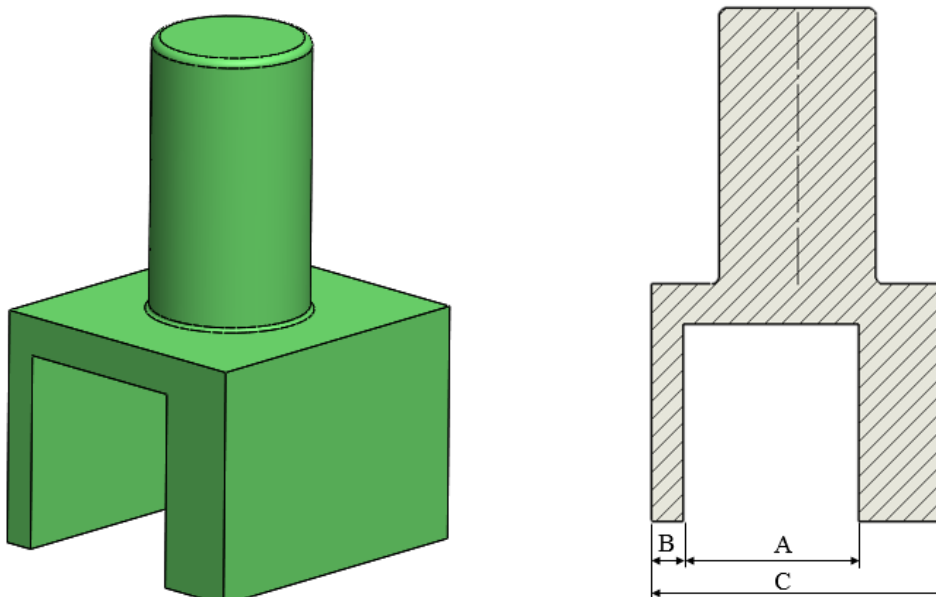


Figura 6.24 – Protótipo da peça de ajuste ao gerador de caudal em SolidWorks (esquerda);
Vista de corte da peça com cadeia de cotas (direita)

Olhando para a montagem experimental torna-se claro que a nova peça terá de assentar no *pusher block*

Pusher block é um elemento de forma geométrica paralelepipedica simples com uma espessura de 22 mm.

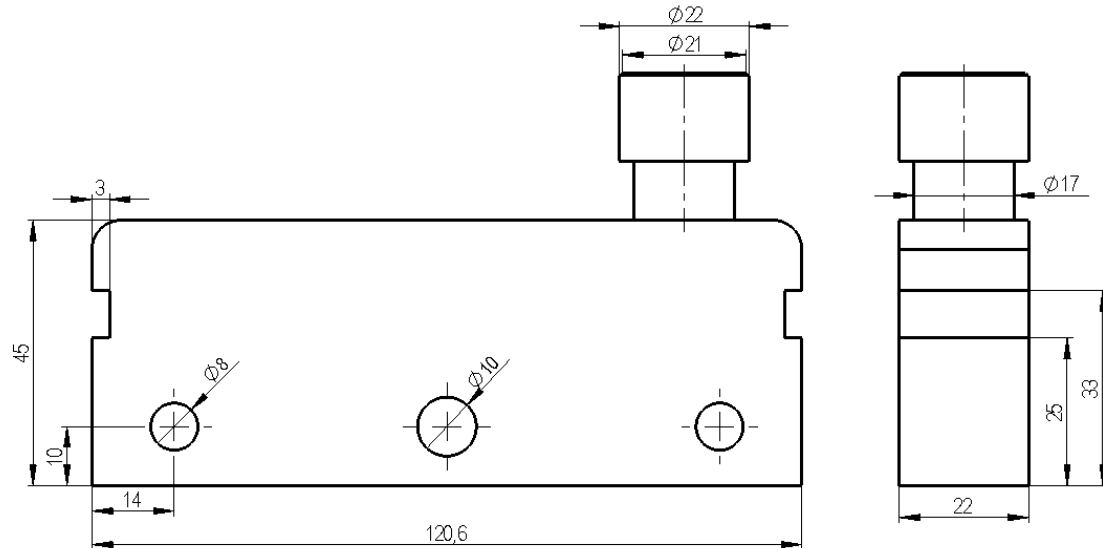


Figura 6.25 - Vista de Frente (esquerda) e Alçado direito (direita) do pusher block

Dadas as características do *pusher block* o *Nexus adjuster* terá de cumprir dois requisitos: a cota A tem de ser ligeiramente superior a 22 mm e terá de possuir uma tolerância devido a eventuais desvios do processo de fabrico. Sendo esta peça um protótipo, será atribuída uma pequena folga para o encaixe.

A cota B não poderá exceder os 4 mm.

A cota C não tem requisitos funcionais. Existem elementos pertencentes ao interferómetro que poderão ser utilizados para a fixação do cubo retrorrefletor à *Nexus*.

Refere-se ao elemento *height adjuster*, que possui um furo central de 20 mm. Portanto faz sentido usar este elemento já existente e adicionar um veio central à peça *nexus adjuster* com aproximadamente 20 mm de diâmetro e 35 mm de altura.

O veio central terá 19,5 mm de diâmetro, para que haja espaço suficiente no caso de uma eventual sobre espessura resultante da técnica de fabrico utilizada.

Foi assumido 35 mm de altura para que a peça a ser impressa não ultrapasse a altura do cubo, no caso de haver a necessidade de adicionar uma massa, para reduzir vibrações, ainda haver espaço para tal.

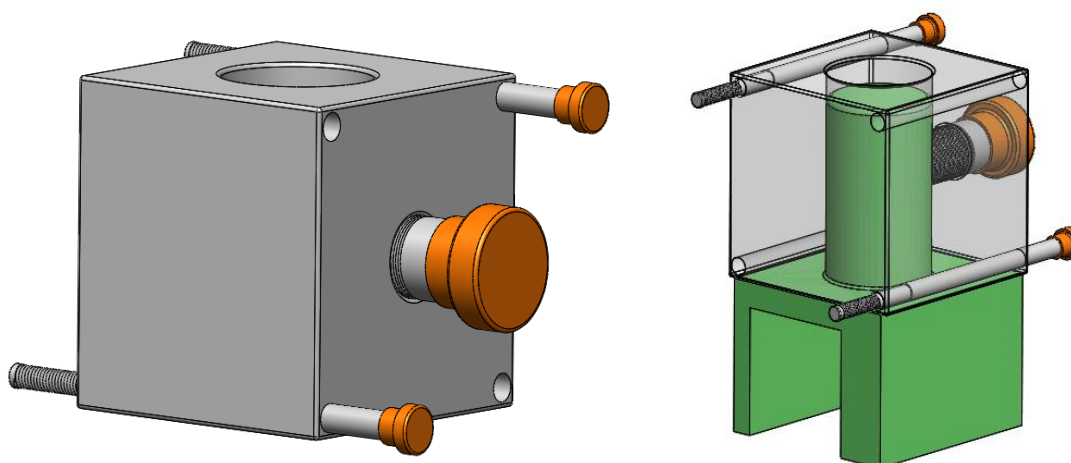


Figura 6.26 Height Adjuster (à esquerda); Montagem Height Adjuster e Nexus Adjuster -
representado a verde (à direita)

O fuso central do *height adjuster* permite fixá-lo ao componente desenhado (*Nexus Adjuster*).

As cotas finais vem especificadas na Figura 6.26.

As direções de montagem foram mantidas a um mínimo.

A segunda operação de maquinagem será abrir um furo de 6 mm e será implantado no furo uma rosca fêmea para acomodar o fuso escolhido para fixar o *Nexus Adjuster* ao *pusher block*.

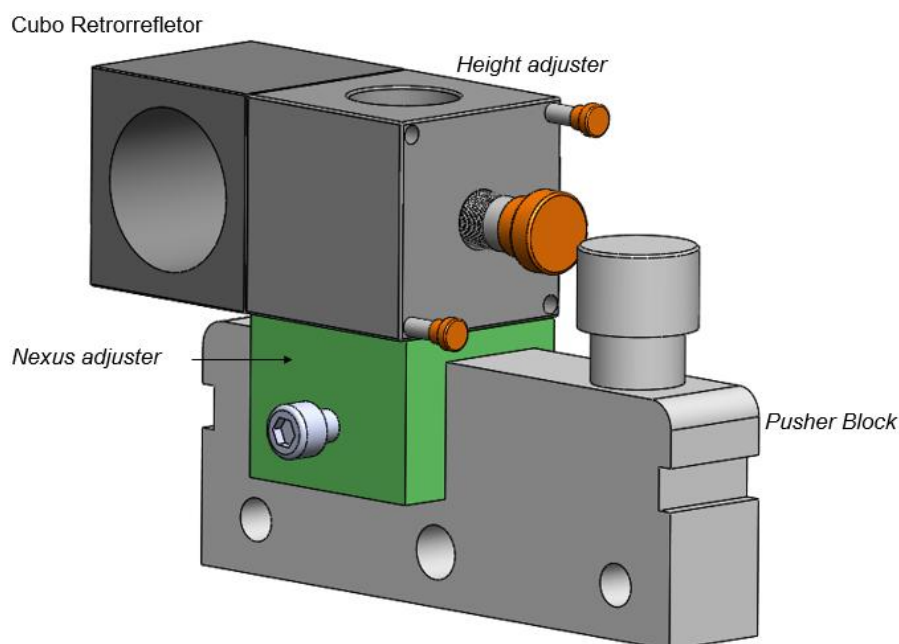


Figura 6.27 - Montagem dos elementos; Cubo retrorefletor, Height adjuster; Nexus
adjuster; Pusher Block

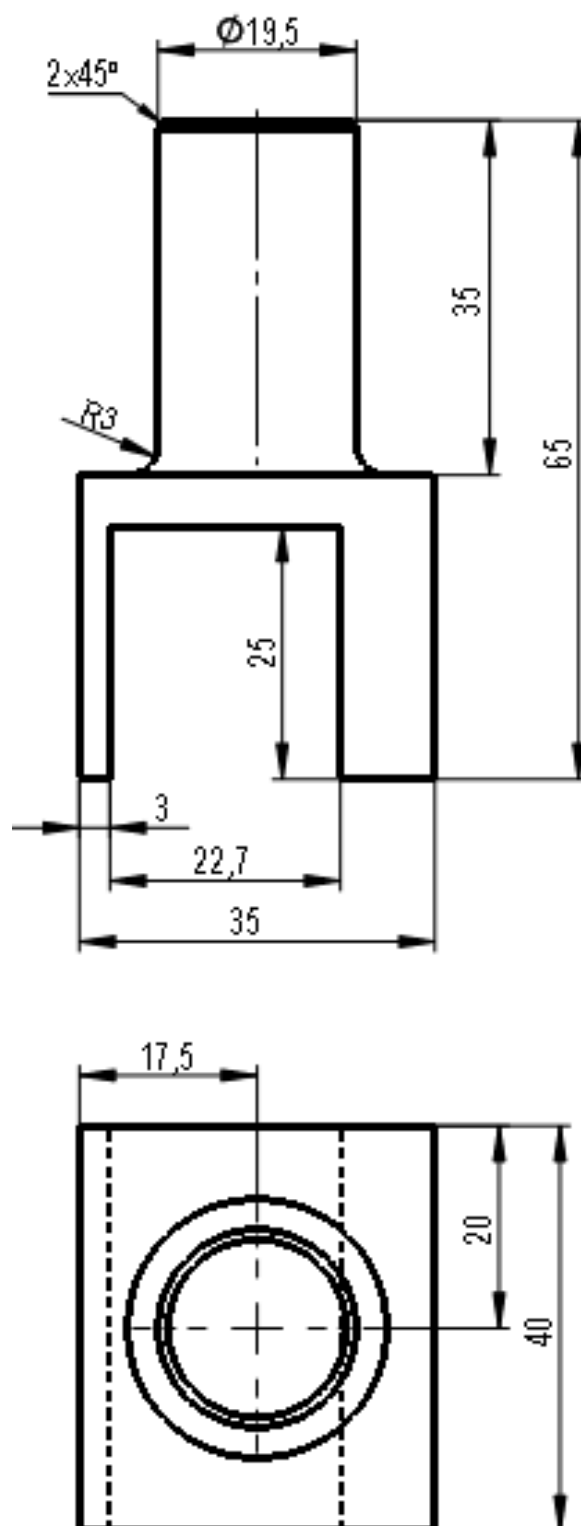


Figura 6.28 - Desenho da peça Nexus Adjuster

7 Análise e discussão de resultados

Apresenta-se, neste capítulo, os resultados obtidos dos ensaios realizados onde se apresentam 3 tabelas. A Tabela 7.1 apresenta os resultados para a Montagem 1 com o caudal calculado, o erro em percentagem e a incerteza expandida calculada. Os erros apresentados nesta tabela são os mais elevados devido a um procedimento experimental incompleto e uma montagem experimental com falhas em pontos fundamentais.

Passando para a Tabela 7.2 apresenta-se os resultados para a Montagem 2a - com adição de massa - onde verifica-se um pequeno decréscimo do erro calculado para caudais superiores a 0,05 $\mu\text{L/h}$.

Com a ambição de reduzir ainda mais os erros e incertezas inseriu-se no procedimento um tempo de estabilização para que o sistema atinja um estado de equilíbrio, levando aos resultados apresentados na Tabela 7.3 remetente à Montagem 2b - com adição de massa e tempo de estabilização.

7.1 Resultados da Montagem 1

Os resultados das medições interferométricas e dos respetivos caudais inferidos encontram-se apresentados na Tabela 7.1 e na Figura 7.1, Figura 7.2, Figura 7.3 e Figura 7.4.

Os ensaios apresentados na Tabela 7.1 foram insatisfatórios, apresentando em geral erros muito superiores ao esperado devido a alguns fatores: inexperiência do utilizador no manuseamento do equipamento, um procedimento experimental incompleto e uma montagem experimental com necessidade de melhorias na fixação do cubo móvel no *pusher block*. No entanto permitiram vislumbrar o potencial deste método uma vez melhoradas estas condições.

Foram realizados ensaios para 4 caudais impostos diferentes 1 $\mu\text{L/h}$, 0,8 $\mu\text{L/h}$, 0,3 $\mu\text{L/h}$ e 0,1 $\mu\text{L/h}$. Apenas os ensaios 13, 14, 16, 17 e 19 tiveram um resultado que possa ser considerado aceitável (erro relativo inferior a 5 %). Embora alguns resultados tenham retornado incertezas expandidas com valores tão baixos como 0,01 $\mu\text{L/h}$ para caudais de 1 $\mu\text{L/h}$ não se deve deixar ser influenciado por estes valores uma vez que a incerteza poderá estar inflacionada por ter ou uma distância percorrida elevada ou um tempo de ensaio elevado ou até mesmo uma combinação dos dois; analisando a (Eq.6.31) facilmente se vê que estes são os dois factores com maior influência na determinação da incerteza.

Denota-se por Caudal imposto, o valor que foi programado no gerador de caudal e como tal sendo o valor de referência e Caudal medido, o valor teórico calculado utilizando o sistema interferométrico, calculado utilizando a (Eq.6.23).

Tabela 7.1 - Resultados da montagem experimental 1

Ensaio	Distância (mm)	Tempo (s)	Caudal medido ($\mu\text{L/h}$)	Caudal imposto ($\mu\text{L/h}$)	Erro relativo (%)	Incerteza expandida (%)	Incerteza expandida ($\mu\text{L/h}$)
1	0,01487	1200	0,07	1	92,6	1,0	0,01
2	0,00284	900	0,02	1	98,1	1,2	0,01
3	0,00039	900	0,003	1	99,7	1,2	0,02
4	0,12055	900	0,80	1	20,4	5,2	0,05
5	0,13595	900	0,90	1	10,2	5,8	0,06
6	0,11566	900	0,76	1	23,6	5,0	0,05
7	0,03862	600	0,38	1	61,8	3,0	0,03
8	0,09671	604	0,95	1	4,8	6,3	0,06
9	0,06667	602	0,66	1	34,2	4,5	0,05
10	0,07569	602	0,75	1	25,3	5,1	0,05
11	0,14084	609	1,37	1	37,5	8,9	0,09
12	0,09125	601	0,90	1	9,7	6,0	0,06
13	0,10319	601	1,02	1	2,1	6,7	0,07
14	0,10504	601	1,04	1	3,9	6,8	0,07
15	0,0741	601	0,73	0,8	8,4	6,2	0,05
16	0,07879	601	0,78	0,8	2,6	6,6	0,05
17	0,0801	601	0,79	0,8	1,0	6,7	0,05
18	0,02456	604	0,24	0,3	19,4	7,8	0,02
19	0,03154	604	0,31	0,3	3,5	8,8	0,03
20	0,00227	608	0,02	0,1	77,8	17,4	0,02
21	0,01656	602	0,16	0,1	63,5	20,4	0,02
22	0,0144	320	0,27	0,1	167,5	37,1	0,04
23	0,00568	601	0,06	0,1	43,8	17,9	0,02
24	0,01739	644	0,16	0,1	60,5	19,3	0,02
25	0,00521	604	0,05	0,1	48,7	17,7	0,02
26	0,00785	601	0,08	0,1	22,4	18,2	0,02
27	0,00762	601	0,08	0,1	24,6	18,2	0,02
28	0,00973	604	0,096	0,1	4,2	18,5	0,02
29	0,01411	605	0,14	0,1	38,6	19,5	0,02
30	0,15017	603	1,48	0,1	1380,5	95,9	0,1
31	0,01341	603	0,13	0,1	32,2	19,4	0,02
32	0,01317	604	0,13	0,1	29,6	19,3	0,02
33	0,0132	601	0,13	0,1	30,6	19,4	0,02

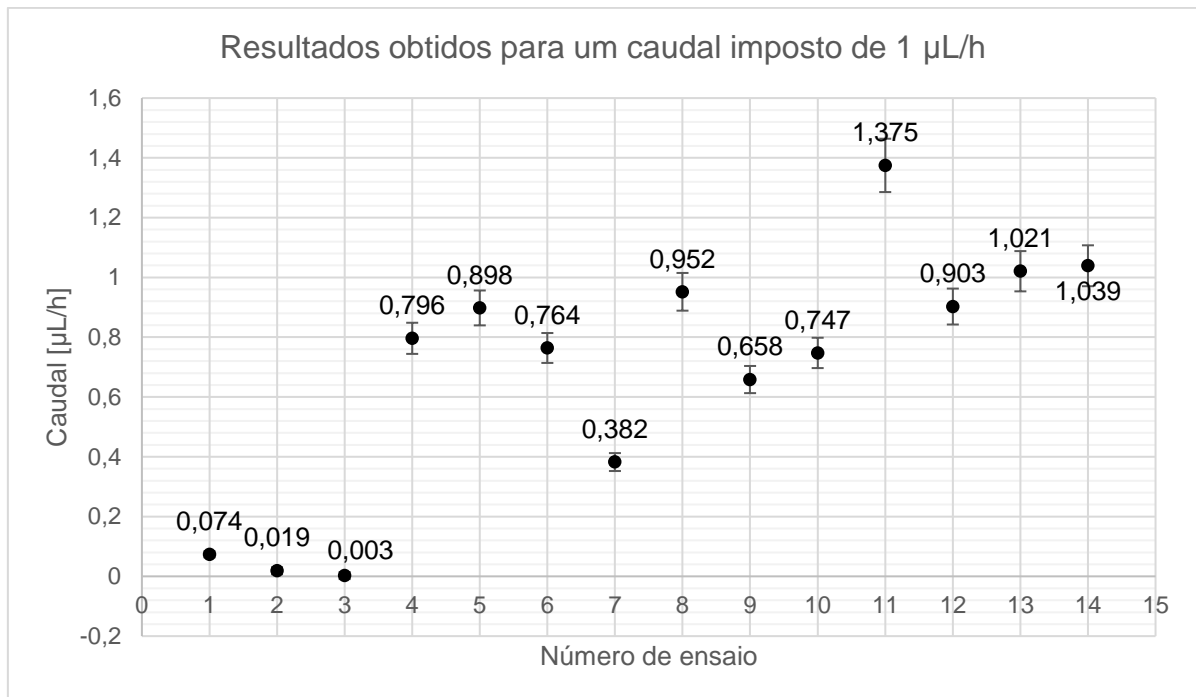


Figura 7.1- Caudais calculados para um caudal imposto de 1 $\mu\text{L/h}$ com barras de incerteza expandida (resultados correspondentes à Tabela 7.1)

À medida que se familiarizava com o equipamento os ensaios para 1 $\mu\text{L/h}$ foram gradualmente melhorando até atingirem um erro relativo tão baixo como 2,1 % dando evidência que este método tem um forte potencial no cálculo do caudal.

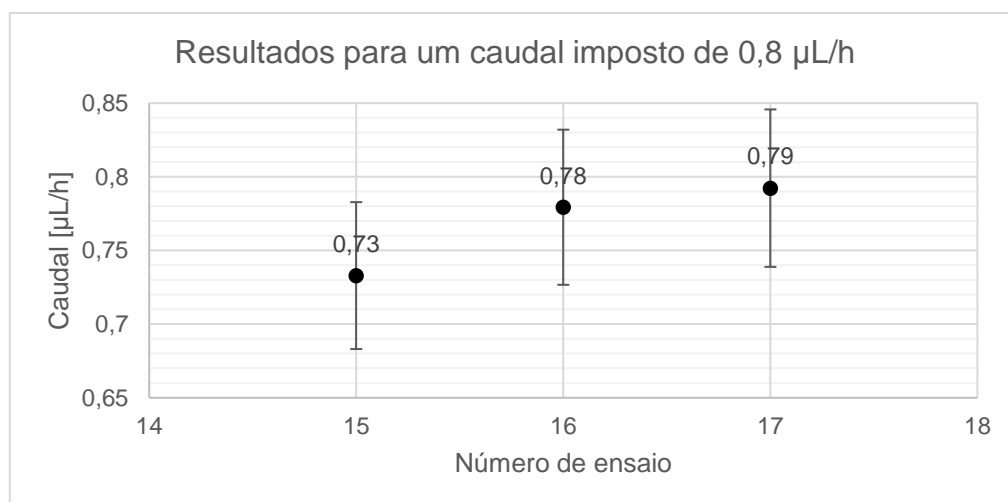


Figura 7.2 - Caudais calculados para um caudal imposto de 0,8 $\mu\text{L/h}$ com barras de incerteza expandida

Para 0,8 $\mu\text{L/h}$ (Figura 7.2) foram obtidos bons resultados próximos do caudal imposto, com incertezas aproximadas de 6,5 %. Estes ensaios demonstraram-se importantes porque permitiram identificar um padrão de ocorrência para gamas de caudais mais baixos (não

representados nos gráficos) em que o toque do operador na bancada de trabalho causava demasiada perturbação na leitura da distância da unidade de controlo influenciando o caudal. A razão pela qual não se introduziu um tempo de estabilização nesta fase dos ensaio foi porque não estavam disponíveis os meios para registar o tempo e a distância em simultâneo.

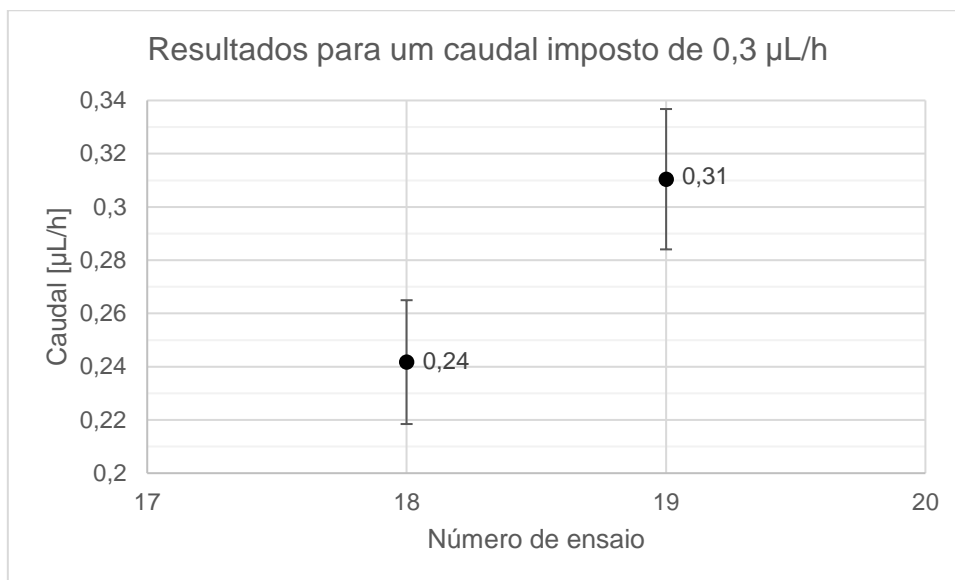


Figura 7.3 - Caudais calculados para um caudal imposto de 0,3 $\mu\text{L/h}$ com barras de incerteza expandida

Seguidamente baixou-se o caudal imposto para 0,3 $\mu\text{L/h}$ onde também foram obtidos resultados aceitáveis (Figura 7.3). Verifica-se que os ensaios continuam a demonstrar uma flutuação nos valores da distância lidos na unidade de controlo aquando da interferência na zona de trabalho pelo utilizador (não representado nos gráficos), levando a que se concluisse que o acesso remoto ao gerador de caudal seria um passo importante a implementar na próxima montagem experimental.

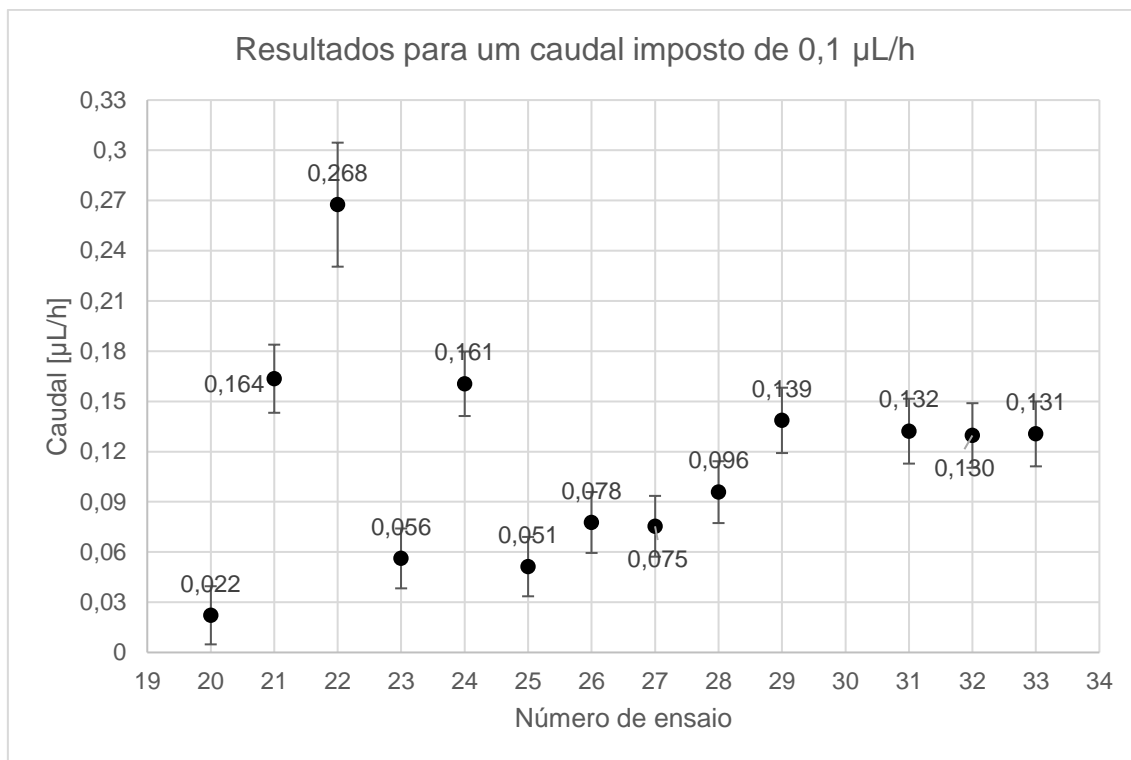


Figura 7.4 - Caudais calculados para um caudal imposto de 0,1 $\mu\text{L/h}$ com barras de incerteza expandida

Pelo que foi apresentado anteriormente, desenvolveu-se um método inovador para realizar a medição quantitativa de micro caudais através da interferometria.

Os resultados obtidos a partir das experiências realizadas foram positivas tendo-se obtido medições com erros e incertezas na ordem dos 10 % a 11 % após otimização do processo, para caudais imposto de 1 $\mu\text{L/h}$ e para 0,8 $\mu\text{L/h}$. Já os ensaios para um caudal imposto de 0,1 $\mu\text{L/h}$ resultaram em erros relativos e incertezas na ordem dos 20 %, aproximadamente. Estas incertezas podem resultar de uma falta de experiência no manuseamento do equipamento assim como um procedimento experimental ainda em desenvolvimento. No entanto, os resultados são promissores para realização de futuros ensaios onde se contemple a interferometria como técnica de medição. Como tal, os resultados apresentados neste trabalho sugerem a possibilidade, mediante aperfeiçoamento da montagem experimental e procedimento experimental, de se poder utilizar o interferómetro em conjunto com um gerador de caudal para fazer a medição de micro caudais até 0,1 $\mu\text{L/h}$. No entanto, este método apresenta a simplificação de realizar a medição do caudal debitado sem que haja interferência do fluido, evitando-se assim perdas por adsorção nas tubagens e nos elementos a serem calibrados.

7.2 Resultados da Montagem 2 com adição de massa

Após a primeira bateria de ensaios (Tabela 7.1) observou-se que, na generalidade, tanto o valor calculado para o erro como para as incertezas ainda se apresentava elevado, considerando os objetivos do trabalho. Analisando a montagem experimental identificou-se que a fixação do cubo móvel ao *pusher block* poderia ser aprimorada. Como tentativa de fixar o cubo retrorrefletor à *Nexus* foi adicionada uma massa na parte superior do mesmo, com o intuito de diminuir vibrações e quaisquer eventuais deslocamentos/rotações de posicionamento que pudessem originar destas. A Tabela 7.2 apresenta os resultados obtidos para as medições feitas usando a segunda montagem experimental (a) com a adição de massa.

Comparando os valores de caudal de 0,1 $\mu\text{L/h}$ da Tabela 7.1 com os da Tabela 7.2, verifica-se que a adição de uma massa – ensaios 15.1 a 17.4 (Tabela 7.2) melhora substancialmente os valores calculados para o caudal, diminuindo o erro relativo de forma significativa de 70 % para valores tão baixos como 2,1 %, sendo possível reproduzir de forma consistente ensaios com erros relativos inferiores a 8 %.

Tabela 7.2 - Resultados para caudais usando a 2ª montagem experimental (a), adicionando massa para redução de vibrações.

Ensaio	Distância (mm)	Tempo (s)	Caudal medido ($\mu\text{L/h}$)	Caudal imposto ($\mu\text{L/h}$)	Erro relativo (%)	Incerteza expandida (%)	Incerteza expandida ($\mu\text{L/h}$)
15.1	0,00987	1244,25	0,047	0,1	52,8	9,0	0,009
15.2	0,01174	1294,91	0,054	0,1	46,1	8,8	0,009
15.3	0,0174	1202,81	0,086	0,1	14,0	10,3	0,010
15.4	0,02302	1258,38	0,109	0,1	8,7	10,9	0,011
15.5	0,02114	1144,38	0,110	0,1	9,8	11,6	0,012
16.1	0,02272	1267,53	0,107	0,1	6,6	10,7	0,011
16.2	0,02502	1302,28	0,114	0,1	14,2	10,9	0,011
16.3	0,02189	1205,25	0,108	0,1	8,0	11,1	0,011
16.4	0,02171	1204,84	0,107	0,1	7,1	11,1	0,011
17.1	0,02267	1247,44	0,108	0,1	8,0	10,9	0,011
17.2	0,02066	1202,91	0,102	0,1	2,1	10,9	0,011
17.3	0,02116	1216,53	0,103	0,1	3,4	10,9	0,011
17.4	0,02086	1209	0,103	0,1	2,6	10,9	0,011
18.1	0,00934	1220,56	0,045	0,05	9,0	18,2	0,009
18.2	0,00959	1244,69	0,046	0,05	8,4	17,9	0,009
18.3	0,01001	1203,72	0,049	0,05	1,1	18,6	0,009
18.4	0,00946	1202,72	0,047	0,05	6,5	18,5	0,009
19.1	0,00065	1202,16	0,003	0,01	67,9	87,6	0,009
19.2	0,00014	1203,87	0,0007	0,01	93,1	87,5	0,009
19.3	0,0014	1216,81	0,007	0,01	31,6	86,6	0,009

19.4	0,00117	1218,12	0,006	0,01	42,9	86,5	0,009
20.1	0,00249	1204,53	0,012	0,01	22,9	87,8	0,009
20.2	0,00055	1203,44	0,003	0,01	72,8	87,5	0,009
20.3	0,00142	1205,72	0,007	0,01	30,0	87,4	0,009
21.1	0,01235	1200,66	0,061	0,03	103,8	32,0	0,01
21.2	0,00103	1210,97	0,005	0,03	83,1	29,0	0,009
21.3	0,00445	1212,85	0,022	0,03	27,3	29,3	0,009
21.4	0,00484	1082,97	0,027	0,03	11,4	32,9	0,01
22.1	0,00306	1200,75	0,015	0,03	49,5	29,4	0,009
22.2	0,00583	1200,5	0,029	0,03	3,8	29,9	0,009
22.3	0,00617	1201,25	0,031	0,03	1,8	29,9	0,009

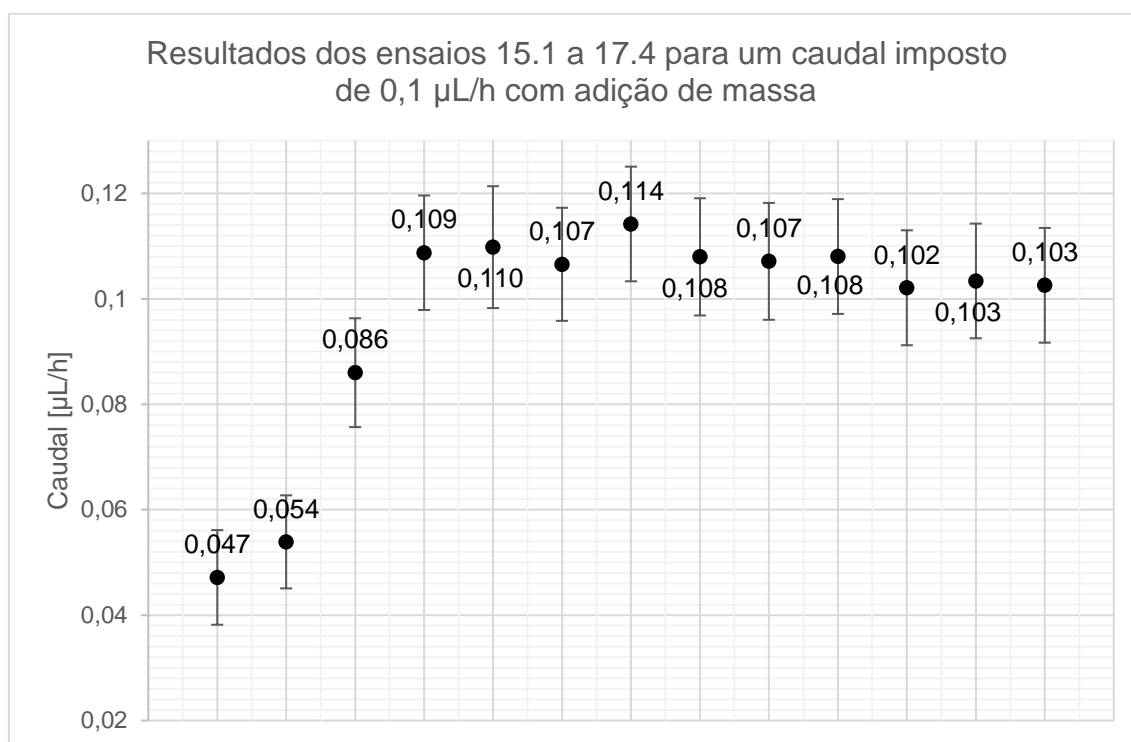


Figura 7.5 - Resultados dos ensaios 15.1 a 17.4 para um caudal imposto de 0,1 $\mu\text{L/h}$ com adição de massa.

Na Tabela 7.2 observa-se que até um caudal de 0,05 $\mu\text{L/h}$ os resultados retornaram erros relativos variando entre 10 % e 1 %. Abaixo do caudal referido (ensaios 19.1 e seguintes, Tabela 7.2), os erros de medição aumentam substancialmente, com a montagem e procedimento experimental aplicados no momento.

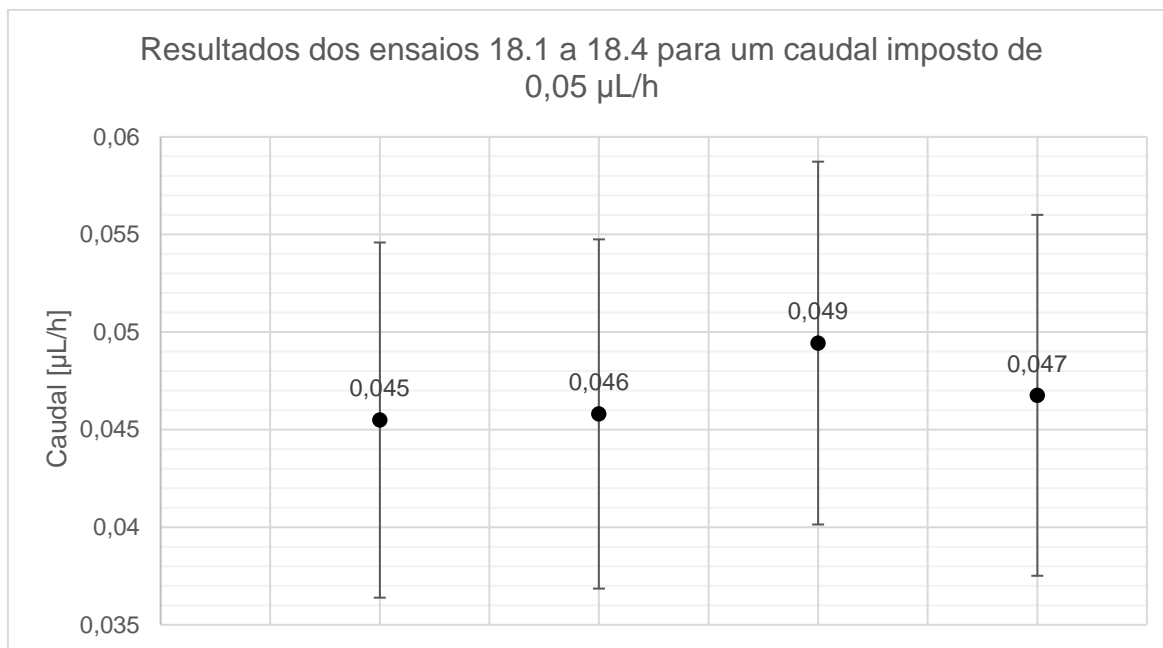


Figura 7.6 - Resultados dos ensaios 18.1 a 18.4 para um caudal imposto de 0,05 $\mu\text{L/h}$ com adição de massa

Observa-se que a primeira tentativa de medição de um caudal de 0,01 $\mu\text{L/h}$ (sem a utilização do tempo de estabilização) os erros calculados variam entre os 93 % e os 42 %. Valores que se demonstram demasiado elevados para a validação deste padrão.

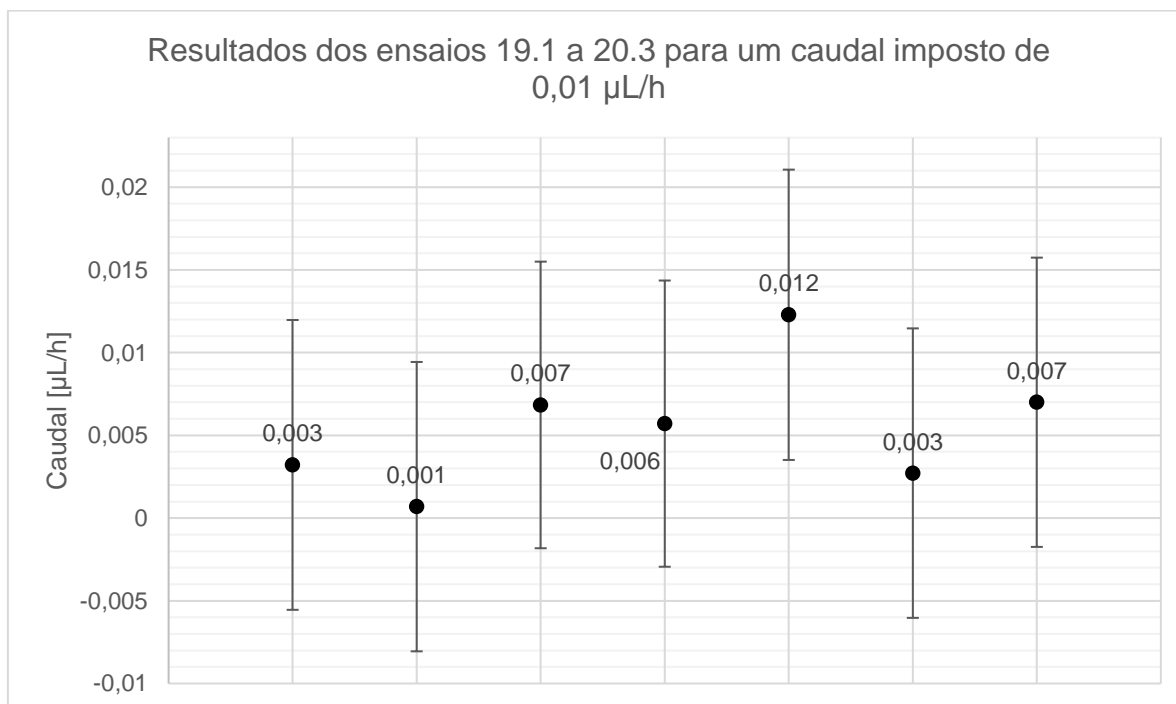


Figura 7.7 - Resultados dos ensaios 19.1 a 20.3 para um caudal imposto de 0,01 $\mu\text{L/h}$ com adição de massa

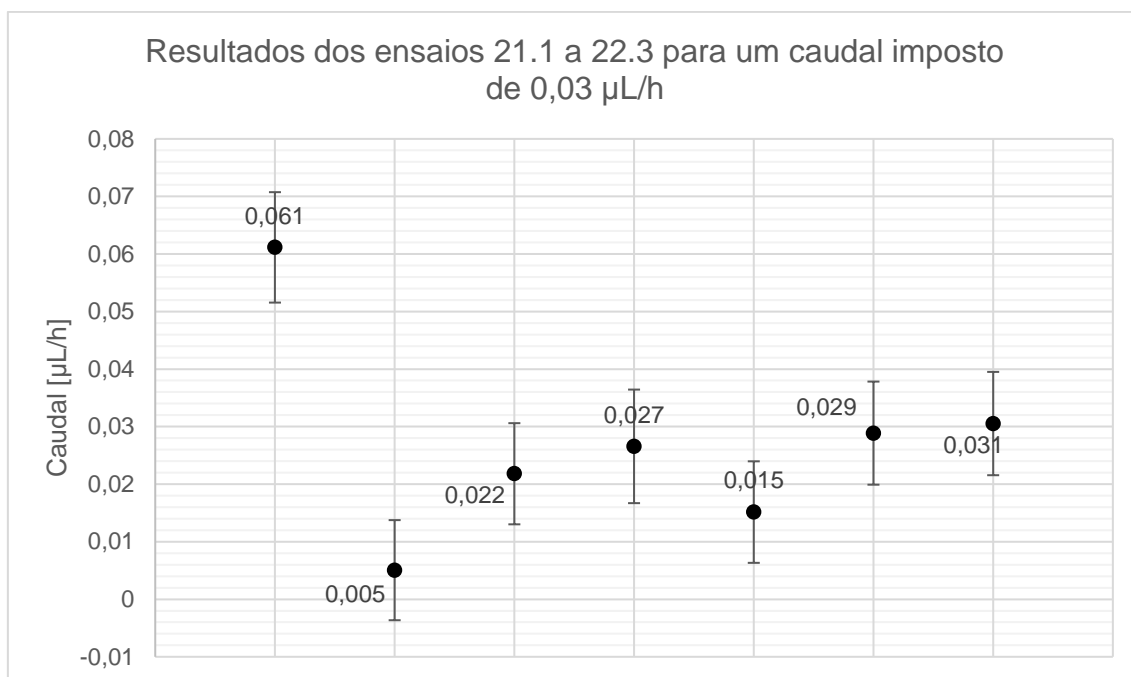


Figura 7.8 - Resultados dos ensaios 21.1 a 22.3 para um caudal imposto de 0,03 $\mu\text{L/h}$ com adição de massa

7.3 Resultados da Montagem 2 com adição de massa e tempo de estabilização

Conforme praxis anterior, o procedimento experimental foi novamente analisado e melhorado, com a incorporação de um tempo de estabilização do sistema, uma vez que se verificou que quando o sistema se encontrava todo em funcionamento durante algumas horas, os erros de medição eram menores.

O gerador de caudal foi ligado e programado com o valor de caudal que se pretendia medir; o interferómetro foi iniciado (no dia anterior, quando possível) após o qual todo o sistema é deixado em funcionamento, sem a presença do utilizador na sala, de modo a que o sistema estabilize por um período de tempo que pode variar entre 1 a 3 horas (valores empíricos, dependendo do caudal que se pretende medir).

A utilização do tempo de estabilização verifica-se especialmente útil quando se pretende medir caudais abaixo dos 0,05 $\mu\text{L/h}$ onde predomina o erro pela leitura da distância devido ao ruído intrínseco do interferómetro.

Após este tempo de estabilização, iniciou-se a aquisição de dados com o *software Interfer MMXIV*, o que permitiu aumentar o tempo de ensaio utilizado e, portanto, diminuir a incerteza associada.

Após a introdução de um tempo de estabilização no procedimento a leitura de caudais tão baixos como 0,009 $\mu\text{L/h}$ (valor mínimo admitido pelo gerador de caudal para uma seringa de 1,45 mm de diâmetro interno) permitiu obter erros relativos que se encontram na ordem dos 3 % e atingindo até mesmo erros relativos tão baixos como 0,95 %, demonstrando uma diminuição significativa no cálculo do erro (Tabela 7.3).

Ainda para um caudal de 0,009 $\mu\text{L/h}$ mediram-se valores de incertezas próximos os 97 % (Tabela 7.3), a única solução encontrada até ao momento para reduzir esta incerteza foi a de aumentar os tempos de ensaio. Utilizando os dados dos ensaios totais (cerca de 1 h 40 min) obtém-se incertezas na ordem dos 20 %, uma redução significativa, relativamente aos ensaios truncados.

Os ensaios 23, 24, 25, 26, 27 e 28 são os ensaios totais (ensaios de 6000 segundos) e as distâncias iniciais e finais foram calculadas usando uma média dos três primeiros pontos e três últimos pontos para as respetivas distâncias. Foi optado por assim o fazer de modo a reduzir o ruído devido às oscilações apresentadas pelo interferómetro. Os ensaios com pontuação decimal são sub-ensaios truncados dos ensaios completos. Os restantes ensaios são o resultado da monitorização de 30 em 30 minutos dos ensaios completos

Tabela 7.3 - Resultados para caudais usando a 2ª montagem experimental (b), com massa adicionada e com tempo de estabilização.

Ensaio	Distância (mm)	Tempo (s)	Caudal medido ($\mu\text{L/h}$)	Caudal imposto ($\mu\text{L/h}$)	Erro relativo (%)	Incerteza expandida (%)	Incerteza expandida ($\mu\text{L/h}$)
23.1	0,00176	1200,5	0,0087	0,009	3,2	97,6	0,009
23.2	0,00177	1200,81	0,0088	0,009	2,6	97,6	0,009
23.3	0,00192	1200,94	0,0095	0,009	5,6	97,6	0,009
23.4	0,00177	1200,9	0,0088	0,009	2,6	97,6	0,009
23	0,00921	6016	0,0091	0,009	1,1	20,5	0,002
24.1	0,00176	1200,22	0,0087	0,009	3,1	97,7	0,009
24.2	0,00186	1200,31	0,0092	0,009	2,4	97,7	0,009
24.3	0,0018	1200,34	0,0089	0,009	1,0	97,7	0,009
24.4	0,00157	1200,25	0,008	0,009	13,6	97,6	0,009
24	0,009496667	6015	0,0094	0,009	4,3	20,6	0,002
25.1	0,01499	1808,23	0,049	0,05	1,4	13,2	0,007
25.2	0,01461	1798,94	0,048	0,05	3,4	13,2	0,007
25.3	0,01527	1799,35	0,050	0,05	0,9	13,4	0,007
25	0,049887	5999	0,049	0,05	1,1	7,2	0,004
26.1	0,01458	1799,22	0,048	0,05	3,7	13,2	0,007
26.2	0,01434	1799,31	0,047	0,05	5,2	13,2	0,007
26.3	0,01408	1799,32	0,047	0,05	7,0	13,1	0,007
26	0,04795	6008	0,047	0,05	5,1	7,0	0,003
27.1	0,01508	1799,31	0,050	0,05	0,4	13,3	0,007
27.2	0,01612	1799,31	0,053	0,05	6,5	13,5	0,007
27.3	0,01657	1799,37	0,055	0,05	9,5	13,6	0,007
27	0,05330	6000	0,053	0,05	5,6	7,6	0,004
28.1	0,00241	1799,37	0,008	0,009	11,5	65,3	0,006
28.2	0,00263	1799,34	0,0087	0,009	3,5	65,3	0,006
28.3	0,00271	1799,35	0,009	0,009	0,5	65,3	0,006
28	0,00844	5998	0,008	0,009	7,1	20,4	0,002

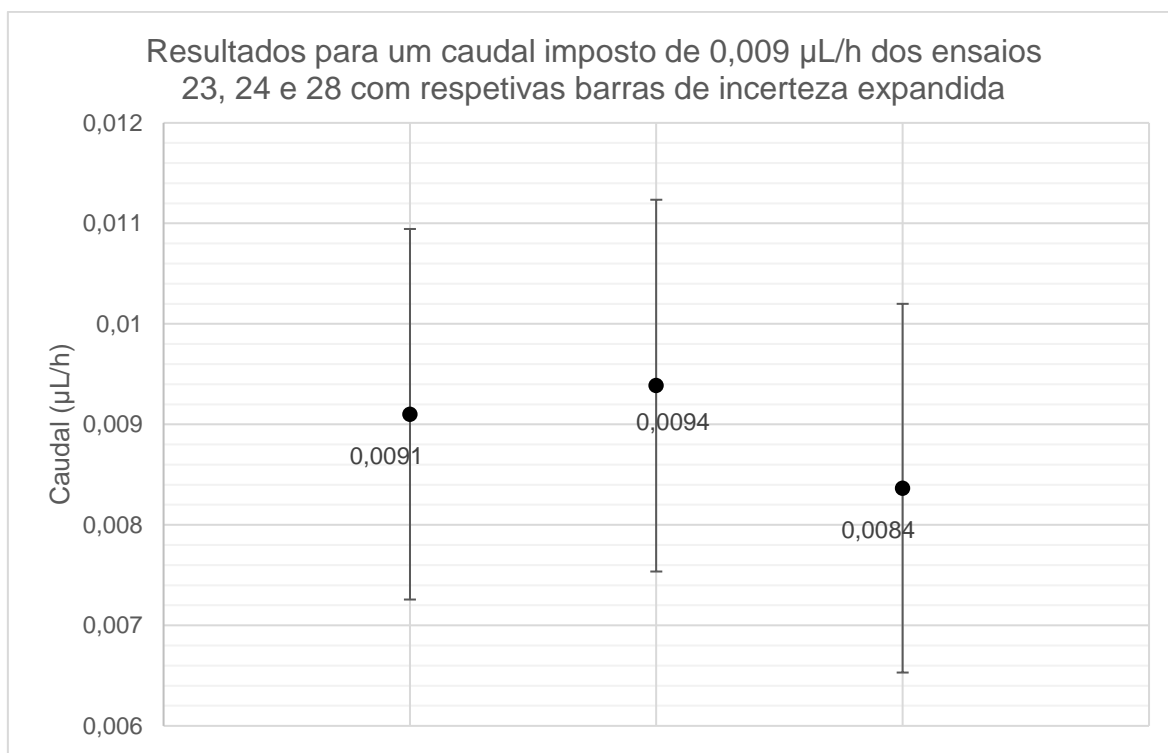


Figura 7.9 - Ensaio 23, 24 e 28 com uma duração aproximada de 6000 segundos

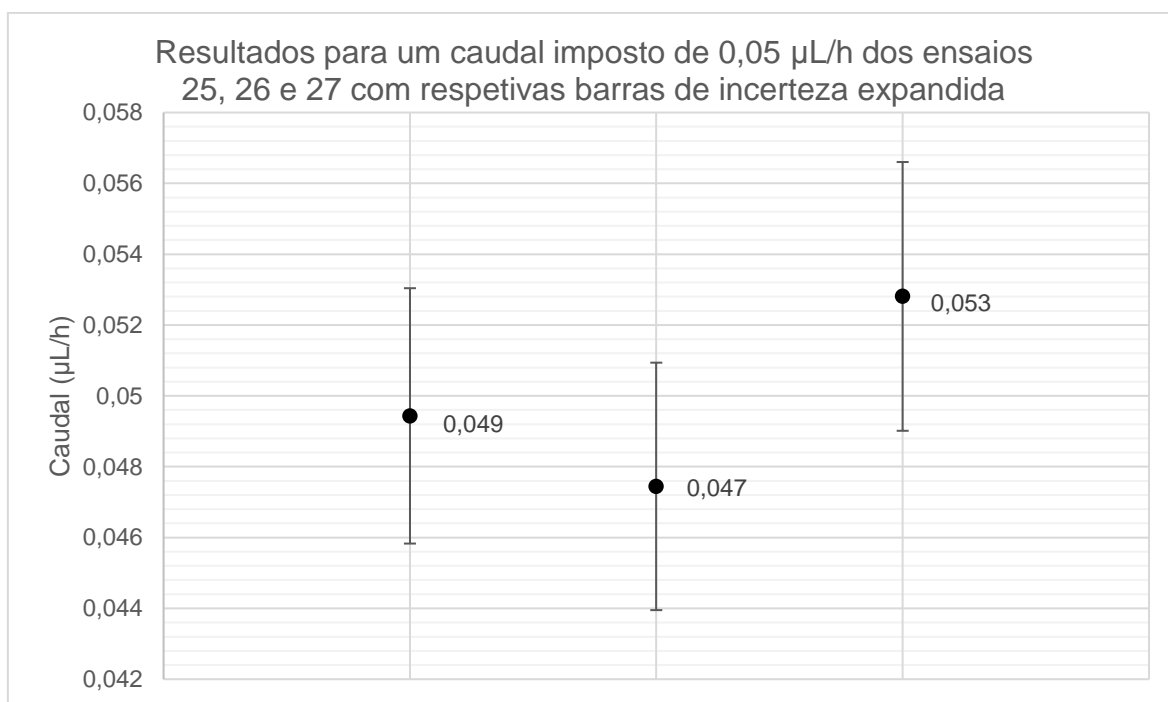


Figura 7.10 – Ensaio 25, 26 e 27 com uma duração aproximada de 6000 segundos

Fazendo uma comparação entre a Tabela 7.2 e a Tabela 7.3 os ensaios realizados para 0,05 $\mu\text{L/h}$, (com massa adicionada e tempo de estabilização realizado) tem erros menores aos apresentados na Tabela 7.2 e exibe ainda uma repetibilidade muito boa, demonstrando que as

alterações efetuadas tanto na montagem experimental como no procedimento se revelam eficazes.

Torna-se evidente a discrepância nos valores dos erros calculados relativamente aos ensaios realizados com tempo de estabilização. Na Tabela 7.2 os ensaios para um caudal inferior a $0,03 \mu\text{L/h}$ exprimem erros demasiado elevados. Já na Tabela 7.3 nota-se que é possível a medição com uma boa repetibilidade de resultados até mesmo para um caudal de $0,009 \mu\text{L/h}$.

Fazendo uma comparação relativamente aos ensaios realizados com a primeira montagem experimental (Tabela 7.1), os resultados foram melhores para caudais mais reduzidos tendo retornado erros relativos mais baixos, donde se conclui que as alterações aplicadas ao procedimento experimental assim como à montagem experimental se demonstraram eficazes. Já as incertezas calculadas aparentam ser algo elevadas, no entanto encontram-se dentro do esperado quando comparadas com os trabalhos apresentados no capítulo 2, existindo a possibilidade de as reduzir se o tempo de ensaio for estendido.

A eliminação de vibrações através da adição de uma massa é uma peça chave na montagem experimental e a possibilidade de adicionar um novo elemento com uma massa suficiente para realizar esse mesmo propósito assim como facilitar a montagem e a fixação ao restante equipamento torna-se evidente.

Com vista à redução dos erros calculados para os caudais e respetivas incertezas deve-se considerar sempre um tempo de estabilização no procedimento experimental.

7.4 Resultados Montagem 3 (*Nexus adjuster*)

A Tabela 7.4 apresenta os valores calculados introduzindo uma peça nomeada de *Nexus adjuster*.

Nesta última secção foi tentado introduzir um elemento para facilitar o posicionamento do cubo retrorrefletor no gerador de caudal assim como a sua montagem. Embora os resultados não tenham retornado como o esperado, o erro de medição aumentou de ensaio para ensaio. As incertezas obtidas estão dentro do que se espera obter para ensaios de uma duração de 6000 s, em torno dos 21 %.

O aumento do erro neste lote de ensaios deveu-se à introdução do protótipo *nexus adjuster*, devido ao processo de fabrico e o material que foi feita esta peça. A peça não possui massa suficiente para suprimir as pequenas vibrações inerentes ao gerador de caudal. Também é de referir que as cotas da peça não estavam de acordo com o especificado na secção 6.7 nomeadamente a cota A (Figura 6.24) estava abaixo do especificado criando um aperto excessivo, não permitindo que esta peça assentasse por completo no *pusher block*, isto por sua vez causou um pequeno desvio ao longo dos ensaios resultando no aumento sucessivo do erro.

Donde se conclui que, a ser realizado, terá de ser uma peça com uma densidade superior (aço, por exemplo) com tolerâncias dimensionais mais apertadas.

Tabela 7.4 – Resultados usando o protótipo *Nexus adjuster*

Ensaio	Distância (mm)	Tempo (s)	Caudal medido ($\mu\text{L/h}$)	Caudal imposto ($\mu\text{L/h}$)	Erro relativo (%)	Incerteza expandida (%)	Incerteza expandida ($\mu\text{L/h}$)
29	0,01008	6000	0,010	0,009	11,0	0,002	20,7
30	0,01065	6000	0,011	0,009	17,2	0,002	20,9
31	0,01105	5998	0,011	0,009	21,7	0,002	21,0

Na Figura 7.11 é retratada a representação gráfica dos resultados obtidos implementando a peça *nexus-adjuster*, em que se verifica um aumento do erro com o decorrer dos ensaios, provenientes de um encaixe defeituoso causados pelo aperto excessivo de uma das pernas da peça.

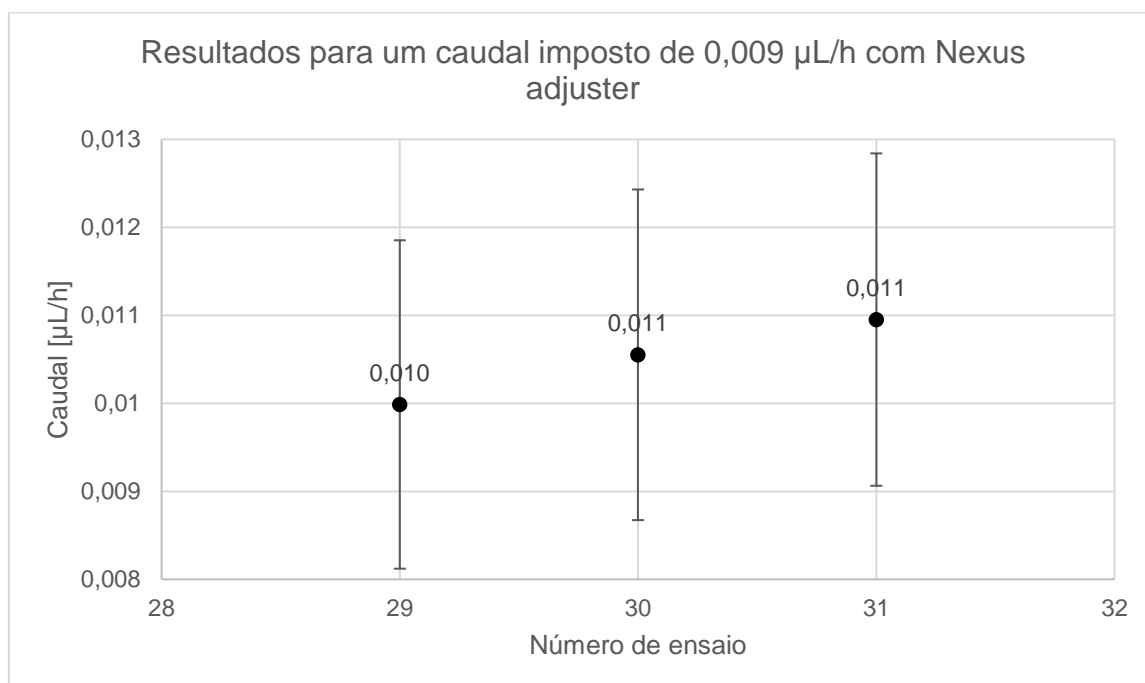


Figura 7.11 – Resultados para um caudal imposto de 0,009 $\mu\text{L/h}$ usando o protótipo Nexus adjuster

8 Conclusão

Dos estudos de desempenho efetuados com o instrumento doseador de fluidos, conclui-se que a seringa perfusora utilizada é um instrumento muito eficaz na medição de caudais na gama dos sub-microlitro, uma vez que, mediante correta montagem e procedimentos experimentais, o erro obtido na maioria dos resultados encontram-se abaixo do erro máximo admissível indicado pelo fabricante.

O estudo realizado iniciou-se com um trabalho de investigação sobre os atuais métodos de medição de microcaudal e a possibilidade de os estender além da sua capacidade atual. A quantidade de artigos/trabalhos existentes sobre inovações nesta área, não se encontra, no entanto demasiado desenvolvida ou pelo menos divulgada. Sendo a grande maioria direcionada para a medição de volumes e não caudal.

Pode fazer-se uma divisão do trabalho desenvolvido em 4 montagens experimentais: Montagem 1; Montagem 2a (adição de massa); Montagem 2b (adição de massa e tempo de estabilização); Montagem 3 (*Nexus adjuster*).

A Montagem 1 permitiu ter um vislumbre do potencial existente na combinação de um gerador de caudal e um sistema laser interferométrico tendo sido testados caudais de 1 $\mu\text{L/h}$, 0,8 $\mu\text{L/h}$, 0,3 $\mu\text{L/h}$ e 0,1 $\mu\text{L/h}$ (Tabela 7.1).

Para um caudal de 1 $\mu\text{L/h}$ os erros relativos reduziram de 99 % até 2,1 %, à medida que o operador ganhava experiência no manuseamento do equipamento, tendo sido obtidas incertezas que variaram dos 8,9 % até 1 % sendo a incerteza de aproximadamente 6 % a mais realista visto que os ensaios com menor erro apresentavam este valor, seria no entanto possível baixá-la usando ensaios mais prolongados.

Os ensaios de 0,8 $\mu\text{L/h}$ tiveram erros relativos a variar entre os 19,4 % até 1 % com uma incerteza em torno dos 6 %.

Já os ensaios para 0,1 $\mu\text{L/h}$ apresentaram em geral erros muito elevados com flutuações do valor da distância inconsistentes de ensaio para ensaio. Tornou-se claro que a montagem experimental teria de ser melhorada com vista a reduzir os erros experimentais. A solução encontrada foi adicionar uma massa na parte superior do cubo retrorrefletor causando a eliminação da flutuação dos valores de distâncias notadas durante os ensaios da Montagem 1. Esta melhoria na interface Espelho-Nexus levou ao seguimento da experiência, a Montagem 2a (adição de massa).

Foram realizados ensaios para 0,1 $\mu\text{L/h}$; 0,05 $\mu\text{L/h}$; 0,01 $\mu\text{L/h}$ e 0,03 $\mu\text{L/h}$ (Tabela 7.2). Os ensaios deram início a toda uma nova ronda de testes começando por tentar melhorar os resultados obtidos na Tabela 7.1, sendo notável a redução do erro calculado para um caudal de 0,1 $\mu\text{L/h}$ (Tabela 7.2) em comparação com os valores obtidos na Tabela 7.1. Foi possível reduzir de forma consistente os erros relativos desde 50 % até cerca de 2,1 % com incertezas a rondar os 10 %.

Observou-se que os valores das incertezas aumentavam à medida que se reduzia o valor do caudal obtendo-se uma incerteza de cerca de 18 % para 0,05 $\mu\text{L/h}$, cerca de 30 % para 0,03 $\mu\text{L/h}$ e aproximadamente 88 % para 0,01 $\mu\text{L/h}$. Acrescenta-se ainda que os erros calculados para

0,03 $\mu\text{L/h}$ e 0,01 $\mu\text{L/h}$ foram extremamente elevados à exceção de dois *outliers* ocorridos nos ensaios de 0,03 $\mu\text{L/h}$ que revelaram a importância de adicionar um tempo de estabilização com vista à redução do erro em caudais inferiores a 0,05 $\mu\text{L/h}$.

Com resultados para caudais abaixo de 0,05 $\mu\text{L/h}$ insatisfatórios procedeu-se a mais uma medida corretiva no procedimento experimental e foi adicionado de tempo de estabilização *a priori* da realização dos testes sem a interferência do operador até que fosse notável o acréscimo do valor da distância de forma estável e constante.

Este pequeno detalhe surtiu, nos resultados, um grande efeito, reduzindo os erros relativos calculados para um caudal de 0,05 $\mu\text{L/h}$ (Tabela 7.2) de 9 % para 5 % (Tabela 7.3) nos ensaios longos e chegando mesmo a erros relativos tão baixos como 1 %. As incertezas foram consistentes e aproximadamente 7 %.

Finalmente os ensaios de 0,009 $\mu\text{L/h}$ retornaram valores de erro que variam entre 7 % e 1 % e incertezas de 97 % para os ensaios truncados e 20 % para os ensaios completos. Embora possa parecer que as incertezas estejam elevadas, esta gama de valores encontra-se dentro do previsto, e ainda com melhores resultados, comparando com trabalhos desenvolvidos por investigadores (consultar capítulo 2).

De uma forma geral afirma-se que o método proposto garante resultados experimentais consistentes cumprindo o objetivo proposto no início deste trabalho de encontrar uma forma de medir caudais abaixo dos 1 $\mu\text{L/h}$.

O trabalho foi parcialmente apresentado na conferência VII Encontro dos Investigadores da Qualidade - Tróia, esperando-se que venha a ter um impacto positivo e inovador na área da metrologia, com vista a alargar a gama de caudais atualmente mensuráveis com confiança em ambiente clínico. Espera-se que todo o trabalho realizado seja possível de publicar em revista internacional da especialidade.

8.1 Trabalhos Futuros

Na perspetiva de trabalho futuro seria interessante dar continuidade ao trabalho desta dissertação. Seria extremamente importante quantificar o caudal à saída do sistema criando toda uma nova panóplia de ensaios a serem realizados, como a quantificação de água absorvida pelo sistema, água evaporada, perdas por eventuais fugas, etc. A identificação e quantificação de todos os parâmetros associados à incerteza do padrão seria também uma tarefa importante a realizar para aumentar o rigor deste trabalho. Seria aliciante criar uma peça que garantisse o correto posicionamento do cubo retrorrefletor relativamente ao gerador de caudal e que o mantivesse estático relativamente ao *pusher block*, ainda garantindo uma fácil montagem.

A pesquisa acerca de sistemas de microcaudal tem sido um tema importante desde o aparecimento de Sistemas Micro Electro Mecânicos (*Micro Electro-Mechanical System – MEMS*) [30] e pensa-se que a integração destes dispositivos no seguimento da tese desenvolvida podem ser um passo importante para dar continuidade ao trabalho desta dissertação.

8.1.1 Inclusão de MEMS e outros sensores

Um sensor é frequentemente definido como um “dispositivo que recebe e responde a um sinal ou estímulo”. Esta definição é ampla. Na realidade, é tão ampla que cobre quase tudo desde o olho humano até ao gatilho de uma pistola [31].

Como tal será usada uma definição mais restrita para a definição de sensores, que pode ser descrita como: um dispositivo que recebe um estímulo e responde com um sinal elétrico.

O propósito de um sensor é responder a um tipo qualquer de propriedade física de entrada (estímulo) e converte-lo num sinal elétrico que é compatível com os circuitos elétricos. O sinal de saída de um sensor pode ser na forma de voltagem, corrente ou carga. Estes podem ser posteriormente descritos em termos de amplitude, polaridade, frequência, fase ou código digital.

Quanto menor for a interação do sensor com o escoamento melhor. Vai-se referir alguns sensores que cumprem o requisito de interferirem o mínimo possível com o escoamento (Apêndice A):

- Sensores de gradiente de pressão;
- Anemómetro a fio quente;
- Sensores ultrassónicos;
- Sensores eletromagnéticos;
- Sensores usando o princípio de Coriolis;
- Sensores de arrasto;

Tendo sido descritos alguns sensores que poderão ser usados na determinação do caudal escoado, importa escolher qual destes poderão ser aplicados a caudais tão baixos quanto os que se pretendem. A resposta que parece mais evidente será pesquisar algum tipo de solução baseada no crescente conceito tecnológico, os MEMS.

MEMS (*microelectromechanical system*) é o acrónimo que se refere a dispositivos microscópicos que tem comprimentos que variam entre 100 nm e 1 mm e que combinam componentes elétricos e mecânicos (Apêndice B).

Referências Bibliográficas

- [1]. Instituto Português da Qualidade, **Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM) – Conceitos Fundamentais e gerais e termos associados**, 2012.
- [2]. C. Damiani [et al.], **Measurement and control of ultra-low flowrates for drug delivery application**, IFMBE Proceedings Vol. 20, 2008.
- [3]. M. Ahrens [et al.], **Design and uncertainty assessment of a setup for calibration of microfluidic devices down to 5 nL/min**, Measurement Science and Technology, 2014, doi: 10.1088/0957-0233/25/1/015301.
- [4]. <http://www.drugmetrology.com/> (consultado em 09/01/2017)
- [5]. E. Batista, Apresentação – **Calibração, utilização e manutenção de equipamento volumétrico**, Instituto Português da Qualidade, 2015.
- [6]. <http://www1.ipq.pt/PT/IPQ/Pages/IPQ.aspx>. (consultado em 09/01/2017)
- [7]. <http://www1.ipq.pt/pt/ipq/organograma/Pages/Organograma.aspx>. (consultado em 09/01/2017)
- [8]. D. Liang [et al.], **Novel Gravimetric Calibration Method For Nano Liter Liquid Handling Devices**, International Conference on Microfluidic Handling Systems, 2012
- [9]. A. Ernst [et al.], **Noncontact Determination of Velocity and Volume of Nanoliter Droplets on the Fly**, IEEE Sensors Journal, vol. 11, NO. 8, 2011.
- [10]. D. Liang [et al.], **Liquid volume measurement method for the picoliter to nanoliter volume range based on quartz crystal microbalance technology**, Measurement Science Technology, 2014, doi: 10.1088/0957-0233/25/9/095302
- [11]. K.J.A. Westin, C. Choi, K. Breuer, **A novel system for measuring liquid flow rates with nanoliter per minute resolution**, Experiments in Fluids 34, 2003, doi: 10.1007/s00348-003-0610-4.
- [12]. D. Liang [et al.], **Novel gravimetric measurement technique for quantitative volume calibration in the sub-microliter range**, Measurement Science Technology, 2013, doi: 10.1088/0957-0233/24/2/025301.
- [13]. R. Verkouteren, J. Verkouteren, **Inkjet metrology: high-accuracy mass measurement of microdroplets produced by a drop-on-demand dispenser**, Analytical Chemistry, Vol.81, No. 20, 2009.
- [14]. JCGM, **Evaluation of measurement data – Guide to expression of uncertainty in measurement (GUM)**, 1st ed., 2008.
- [15]. EURAMET, **Guidelines on the Determination of uncertainty in gravimetric volume calibration**, 2012, ISBN 978-3-942992-24-4.
- [16]. A. Cruz, **Incerteza de medição – introdução ao conceito**, Instituto Português da Qualidade, Caparica, 2005, ISBN: 972-763-084-7.
- [17]. http://1.bp.blogspot.com/_9CgcXVrwrfE/TQ_3Zrp28nI/AAAAAAAAAMk/8SbOlq5grGI/s1600/Blog+Mania+de+Mayem%25C3%25A1tica+Model+%25281%2529.png (consultado em 09/01/2017)

- [18]. E. Batista, **Calibração em caudal de instrumentos doseadores de líquidos pelo método gravimétrico**, Instituto Português da Qualidade, 2015.
- [19]. NP EN ISO 4787:2011 – **Vidraría de laboratório. Instrumentos volumétricos. Métodos para ensaio da capacidade e para utilização**, versão corrigida, 2011.
- [20]. J. Gala, **Desenvolvimento de padrão gravimétrico de medição de caudal de fluido entre 10 mL/min e 100 nL/min**, Caparica, Universidade Nova de Lisboa, Faculdade de Ciências e Tecnologia, 2012, Dissertação de Mestrado.
- [21]. <http://www.bipm.org/metrology/length/> (consultado em 09/01/2017)
- [22]. <http://www.bipm.org/en/publications/si-brochure/metre.html> (consultado em 09/01/2017)
- [23]. <http://www1.ipq.pt/PT/Metrologia/Materiais%20Didaticos/Comprimento%20-%20grandeza%20de%20base%20do%20SI%20cuja%20unidade%20%C3%A9%20o%20metro.pdf> (consultado em 09/01/2017)
- [24]. Instituto Português da Qualidade, **Brochura de apresentação ao Departamento de Metrologia do IPQ**, 2015.
- [25]. Halliday, Resnick, **Fundamentos de Física Volume 4**, 2009, ISBN: 978-85-216-1608-5.
- [26]. A. Donges, R. Noll, **Laser Measurement Technology – Fundamentals and Applications**, Springer, 2015, ISBN: 978-3-662-43634-9.
- [27]. <http://pendientedemigracion.ucm.es/info/qioq/docencia/MaterialesDocentes/InterLuzPol/SinLamina.jpg> (consultado em 09/01/2017)
- [28]. Hewlett Packard, **5528A Laser Measurement System – User's Guide**.
- [29]. A. Mourão, **Brochura – Acabamentos e tolerâncias dimensionais**, 2010.
- [30]. G. Qiang, **Influence of capillarity on nano-liter flowrate measurement with displacement method**, Science Direct, Journal of Hydrodynamics, 2006.
- [31]. J. Fraden, **Handbook of modern sensors, Physics, Designs and Applications**, Fourth Edition, Springer, 2010, ISBN: 978-1-4419-6465-6.
- [32]. N.P. Mahalik, **Micromanufacturing and Nanotechnology**, Springer, ISBN-10: 3-540-25377-7

Apêndice A

Faz-se uma breve descrição dos diferentes tipos de sensores referidos.

Gradiente de Pressão

O método do gradiente de pressão para a medição de caudal basicamente requer a introdução de uma resistência ao escoamento e, medindo o gradiente de pressão ao longo de uma resistência conhecida permite obter o valor do caudal.

Sensores ultrassónicos

O escoamento pode ser medido empregando ondas ultrassónicas. Em termos genéricos pode-se descrever este método através do princípio que a deteção da frequência ou mudança de fase causada pelo meio de propagação. A velocidade do som movendo-se num dado meio dinâmico é igual à velocidade do som nesse meio somada à velocidade do meio respetivamente à fonte sonora. Sabendo a velocidade do som no meio, e a velocidade total dada pelos sensores, pode-se calcular a velocidade do meio.

Sensores Eletromagnéticos

O princípio de funcionamento deste tipo de sensores assenta na descoberta de Faraday e Henry da indução eletromagnética. Quando um meio condutor (neste caso seja a água) atravessa as linhas de fluxo magnético uma força eletromotriz é gerada no condutor. O valor dessa força é proporcional à velocidade do meio condutor.

Caudalímetros de Coriolis

Um sensor de Coriolis consiste basicamente em um ou dois tubos vibratórios com uma entrada e uma saída. O tubo de Coriolis é posto a vibrar através do auxílio de um sistema eletromecânico. A massa volúmica é determinada baseado na ação que o fluido tem sobre o tubo. À medida que o fluido atravessa o tubo da entrada para a saída, desenvolvem-se diferentes forças dependendo da aceleração que faz resultar numa vibração no tubo.

Sensores de Arrasto

Um objeto sólido de superfície bem definida é introduzido no escoamento. A força exercida pelo fluido neste elemento causará uma deflexão. Esta deflexão, através do uso de extensómetros pode ser convertida num sinal elétrico indicativo do valor da velocidade do escoamento.

Apêndice B

Sensores mecânicos consistem numa parte móvel e numa parte fixa. A parte móvel pode ser, por exemplo, uma fina membrana ou uma viga, presa por uma ou pelas duas extremidades. A estrutura aqui descrita é semelhante a uma viga encastrada, uma estrutura em consola (traduzido da palavra inglesa *cantilever*). Um *cantilever* é considerado uma estrutura em forma de barra microfabricada com um comprimento maior que a sua largura e tem uma espessura que é muito mais pequena que o comprimento e a largura. É um elemento estrutural horizontal suportado apenas em uma extremidade por um corpo que poderá incorporar um *chip*; a outra extremidade é livre (Figura B1)

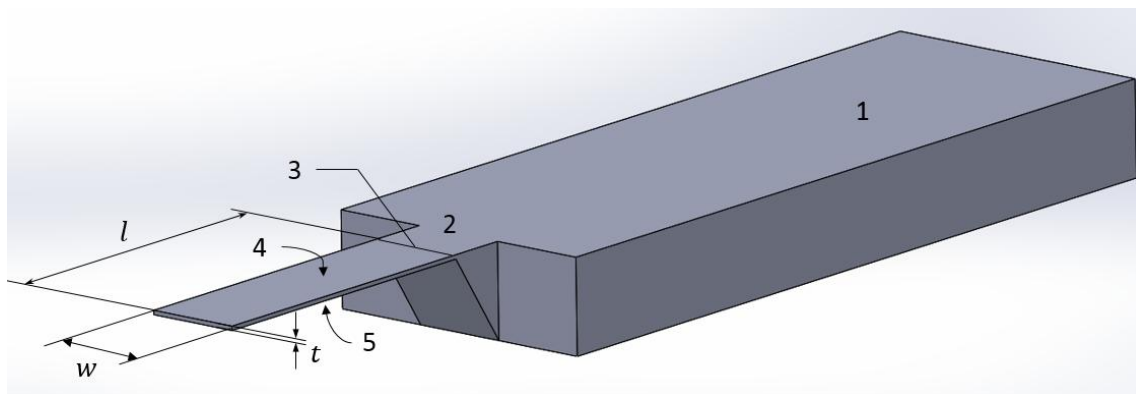


Figura B1 - Esquema de uma viga em consola (*cantilever*): (1) corpo rígido, (2) suporte, (3) dobradiça, (4) superfície superior da viga que poderá ser funcionalizada com uma camada de deteção de moléculas, (5) superfície inferior da viga. Dimensões geométricas, comprimento l , largura w e espessura t , são indicadas.

Sensores *cantilever* microfabricados têm atraído muito interesse em anos recentes como dispositivos pela sua rápida e fiável deteção de pequenas concentrações de moléculas no ar e em soluções. Estes *cantilevers* têm sido empregados para medir propriedades físicas de pequenas quantidades de material em versões miniaturizadas de variadas técnicas, com especial foco em monitorização de reações químicas. Nos últimos anos, o conceito de sensor *cantilever* foi estendido para aplicações biomédicas e para dispositivos analíticos para biomateriais [32].

Reduzir a escala de vigas em balanço (*cantilever beams*) melhora a sua sensibilidade, resolução espacial, eficiência energética e tempo de resposta. Como resultado *cantilevers* nanomecânicos serão capazes de detetar interações moleculares específicas, adesão celular e gases químicos em quantidades minúsculas. A combinação de uma diminuição de escala de *cantilevers* e os fenómenos que ocorrem à superfícies de um *cantilever* à nanoescala dão ao sensor uma habilidade que pode ir ou até mesmo ultrapassar o regime femto e atto [32].

A corrente evolução de dispositivos MEMS e NEMS está a conduzir a uma diminuição da escala destes dispositivos o que significa que podem vir a tornar-se elementos passíveis de integrar na montagem experimental para a medição de caudal.

A superfície do *cantilever* serve como uma superfície sensorial e permite que os processos que ocorrem na superfície da viga seja monitorizados com um rigor sem precedentes. A

passagem de fluido pelo canal irá gerar uma deflexão da viga, a carga resultante do caudal escoado no canal causará uma maior ou menor deflexão na viga consoante a velocidade do caudal imposto. Deformação esta que será traduzida num impulso elétrico através da extensão medida e com a possibilidade de calcular o caudal que passa na secção considerada, ver Figura B2.

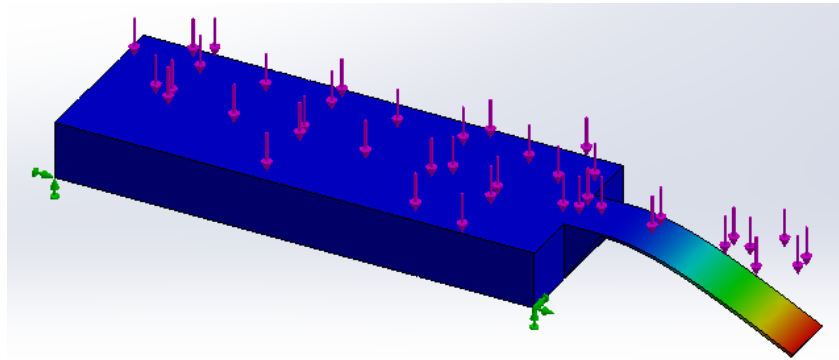


Figura B2 - Imagem exemplificativa do princípio pretendido explorar

Medição e Técnica da Leitura

A resposta de um *cantilever* a um estímulo como por exemplo tensão (extensão), mudanças de temperatura podem ser medidas de variadas maneiras, donde se lista:

- Leitura da piezoresistividade
- Leitura piezoelétrica
- Leitura ótica (interferométrica)
- Leitura ótica (deflexão da viga)
- Leitura capacitiva

Passando a explicar sucintamente cada uma delas [32]:

Leitura da Piezoresistividade

O método piezoresistivo usa uma ponte de Wheatstone para a medição de tensões, quando um material piezoresistivo como por exemplo o silício é solicitado. Materiais piezoresistivos alteram a sua resistência quando são deformados (por aplicação de cargas). Maior parte dos materiais alteram a sua secção transversal e comprimento quando sujeitos a uma carga e como tal alteram a sua resistência. Contudo, a mudança de resistência de materiais piezoresistivos é maior. Usa-se um resistor ativo e um passivo. O resistor ativo é uma viga que reage com a amostra; o segundo resistor é uma viga que filtra o sinal que é idêntico em ambas as vigas, desta maneira pode-se filtrar as deformações que sejam feitas por efeitos de temperatura.

Leitura piezoelétrica

Aplicando uma voltagem AC elétrica a material piezoelétrico (PZT ou ZnO) vigas piezoelétricas são atuadas. Isto significa que o material é sensível a pequenas mudanças de

corrente quando solicitado devido a aplicações de pequenas cargas. Dois elétrodos isolados um do outro, providenciam contato elétrico.

Leitura Capacitiva

Uma viga rígida com um eletrodo montado no suporte sólido e uma viga em consola flexível com um electrodo numa camada. Ambos os elétrodos estão insulados. Quando a viga flexível dobra a capacidade entre os elétrodos muda e permite que a deflexão da viga flexível seja mensurada. Tanto medições estáticas como dinâmicas são possíveis.

Leitura ótica (Interferométrica)

Embora seja o método mais preciso para medir distâncias tem o inconveniente de a montagem experimental ser volumosa e a necessidade de visibilidade sobre a deflexão da viga.